

UNIVERSIDAD COMPLUTENSE DE MADRID
FACULTAD DE CIENCIAS QUÍMICAS



TESIS DOCTORAL

**Distribución y evolución de tensiones residuales en materiales
compuestos de matriz metálica**

MEMORIA PARA OPTAR AL GRADO DE DOCTOR

PRESENTADA POR

Pedro Fernández Castrillo

Directores

**Gaspar González Doncel
Giovanni Bruno**

Madrid, 2018



UNIVERSIDAD
COMPLUTENSE
MADRID

DISTRIBUCIÓN Y EVOLUCIÓN DE TENSIONES RESIDUALES EN MATERIALES COMPUESTOS DE MATRIZ METÁLICA

MEMORIA PARA OPTAR AL GRADO DE DOCTOR EN CIENCIAS QUÍMICAS

PEDRO FERNÁNDEZ CASTRILLO

DEPARTAMENTO DE METALURGIA FÍSICA DEL CENTRO NACIONAL DE
INVESTIGACIONES METALÚRGICAS. CONSEJO SUPERIOR DE INVESTIGACIONES
CIENTÍFICAS, CENIM – CSIC.

INSTITUT LAUE LANGEVIN, ILL



DIRECTORES:

DR. GASPAR GONZÁLEZ DONCEL (CENIM, Madrid)
DR. GIOVANNI BRUNO (BAM, Berlín)

MADRID, AÑO 2017

*“Donde hay voluntad, hay un camino”
(Proverbio tradicional inglés)*

*“Todo lo que tenemos que decidir
es qué hacer con el tiempo que se nos ha concedido”
(J.R.R. Tolkien)*

AGRADECIMIENTOS

Al Prof. Dr. Gaspar González Doncel, gracias por abrirme la puerta a un mundo maravilloso. Por transmitirme tus conocimientos de ciencia y de vida. Por dar forma y sentido. Por los viajes, las aventuras y las dificultades compartidas por media Europa. Por los buenos momentos y las palabras de aliento. Lo logramos, y lo que queda...

Prof. Dr. Giovanni Bruno, gracias por tu guía y por ser para mí un hermano mayor en tierras lejanas. Por despertar mi curiosidad, y enseñarme que todo es posible

A mis padres, Pedro y Marisa, mis ángeles guardianes. Gracias por vuestra infinita paciencia, por vuestro apoyo, vuestros ánimos, vuestra guía, y porque siempre habéis estado ahí

A mis hermanas, Amelia y Araceli, gracias porque vuestra alegría en cada pasito ha sido un aliciente para seguir andando el camino

A Marina, mi personita, gracias por tu mirada cada mañana, y por tener la fuerza de coger mi mano y caminar conmigo la última parte de este gran viaje

A Kalia y Mía, gracias porque yo sé que habéis estado conmigo desde vuestra estrellita para no dejarme perder mi norte. A Isis y Nüwa, gracias por vuestra incondicional compañía durante las largas horas de escritura

A todas las personas de Grenoble que entraron en mi vida y que han sido un ejemplo que finalmente logro alcanzar, Roberta Poloni, Alex Fernández, Miryam García, María Postigo, Fabiola Liscio, Otello Rosicioni, Gastón Garbarino, Elisa Fabiani, Gianluca Cioci, David Beltrán, Laura Crapanzano, Fabrizio Bardelli, y Giuseppe Portale

Al Centro Nacional de Investigaciones Metalúrgicas, CENIM, gracias por acogerme durante todos estos años, y permitirme realizar gran parte de las medidas y ensayos

Al Institut Laue Langevin, ILL, y a la Sociedad Española de Técnicas Neutrónicas, SETN, gracias por darme la oportunidad de aprender y trabajar en un entorno internacional y realizar las medidas en D1A y D1B

Al European Synchrotron Radiation Facility, ESRF, gracias por el tiempo de medida en ID31

Al Helmholtz Zentrum, gracias por el tiempo de medida en EDDI durante el contrato RII3.CT-2004-506008, y al Dr. Christofer Genzel y la Dra. Manuela Klaus por su ayuda con las medidas

Al Neutron Physics Laboratory, NPL, gracias por el tiempo de medida en SPN-100 y a Vadim Davidov por su ayuda con las medidas

Gracias al apoyo de los Proyectos MAT01-2085 del Ministerio de Ciencia y Tecnología y MAT-05-0527 del Ministerios de Educación y Cultura

- ÍNDICE -

GLOSARIO DE SÍMBOLOS Y ABREVIATURAS.....	iv
RESUMEN.....	vi
SUMMARY.....	viii
INTRODUCCIÓN	1

PARTE I: CONCEPTOS Y TÉCNICAS

CAPÍTULO 1. REVISIÓN CONCEPTUAL	5
1.1 ALEACIONES DE ALUMINIO.....	5
1.1.1 La aleación 2014.....	7
1.1.2 La aleación 6061.....	7
1.2 MATERIALES COMPUESTOS.....	8
1.2.1 Procesado de Materiales Compuestos.....	9
1.2.2 Mecanismos y Modelos Matemáticos.....	12
1.2.3 Precipitación en materiales compuestos con matriz envejecible.....	18
1.3 CONCEPTOS DE RECRISTALIZACIÓN. NUCLEACIÓN ESTIMULADA POR PARTÍCULAS (PSN).....	19
1.4 TENSIONES RESIDUALES.....	21
1.5 DETERMINACIÓN DE TENSIONES RESIDUALES POR TÉCNICAS DE DIFRACCIÓN.....	25
1.5.1 La Ley de Bragg.....	25
1.5.2 El Estado Triaxial de Tensión.....	27
1.5.3 El Método del $\text{sen}^2\psi$	28
 CAPÍTULO 2. PARTE EXPERIMENTAL.....	 33
2.1 MATERIALES.....	33
2.2 TRATAMIENTOS TÉRMICOS.....	35
2.3 CARACTERIZACIÓN MICROESTRUCTURAL.....	36
2.3.1 Técnicas de Microscopía. Óptica y Electrónica de Barrido.....	37
2.3.2 Textura macroscópica. Difracción de Rayos X y de Neutrones.....	38
2.4 CARACTERIZACIÓN DE PROPIEDADES.....	39
2.4.1 Ensayos de Dureza.....	41
2.4.2 Dilatometría.....	42
2.4.3 Ensayos de Tracción y Compresión.....	43
2.5 CARACTERIZACIÓN DEL ESTADO DE TENSIONES RESIDUALES.....	45
2.5.1 Difracción de Neutrones.....	45
2.5.2 Difracción de Radiación Sincrotrón por Haz Monocromático.....	47
2.5.3 Difracción de Radiación Sincrotrón en modo Dispersión de Energías....	49

PARTE II: RESULTADOS

CAPÍTULO 3. RESULTADOS. CARACTERIZACIÓN DE MATERIALES Y PROPIEDADES.....	51
3.1 MICROESTRUCTURA.....	51
3.2 TEXTURA.....	60
3.3 ENSAYOS DE DUREZA.....	66
3.4 COEFICIENTES DE DILATACIÓN.....	68
3.5 COMPORTAMIENTO MECÁNICO.....	69
3.5.1 Ensayos mecánicos, Tracción / Compresión.....	69
3.5.2 Evolución del Límite Elástico y del Exponente de Endurecimiento con Tratamientos Térmicos de Recocido.....	72
 CAPÍTULO 4. RESULTADOS. TENSIONES RESIDUALES.....	 75
4.1 ESTADO INICIAL DE TENSIONES RESIDUALES.....	75
4.1.1 Distribución de la Tensión Total.....	75
4.1.2 Distribución de las Tensiones Macro y Microscópicas.....	79
4.2 EFECTO DEL TAMAÑO DE MUESTRA.....	82
4.3 EVOLUCIÓN DE LAS TENSIONES RESIDUALES CON TRATAMIENTOS TÉRMICOS.....	84
4.3.1 Evolución de la Tensión Residual Macroscópica.....	85
4.3.2 Evolución de la Tensión Residual Microscópica.....	87
4.4 CINÉTICA DE RELAJACIÓN CON TRATAMIENTOS TÉRMICOS DE LA TENSIÓN RESIDUAL ACUMULADA.....	88
4.5 EVOLUCIÓN DE LAS TENSIONES RESIDUALES CON LA DEFORMACIÓN PLÁSTICA.....	89
4.5.1 Evolución con la deformación en compresión.....	90
4.5.2 Evolución con la tensión en tracción.....	92

PARTE III: DISCUSIÓN Y CONCLUSIONES

CAPÍTULO 5. DISCUSIÓN.....	95
5.1 CONSIDERACIONES EN LA DETERMINACIÓN DE TENSIONES RESIDUALES.....	95
5.1.1 Optimización del Volumen de Medida en Difracción de Radiación de Sincrotrón.....	95
5.1.2 Mínima Distancia Límite en SRD.....	99
5.2 EL ESTADO LIBRE DE TENSIÓN.....	100
5.2.1 Cálculo de d_0 de Equilibrio.....	101
5.2.2 d_0 de Equilibrio frente a d_0 experimental	105
5.3 LA DISTRIBUCIÓN DE TENSIONES RESIDUALES.....	109
5.3.1 Tensión Residual Macroscópica.....	109
5.3.2 Tensión Residual Microscópica.....	119
5.4 EFECTO DEL TRATAMIENTO TÉRMICO SOBRE LA DISTRIBUCIÓN DE TENSIONES.....	124
5.4.1 Efecto del tratamiento térmico sobre la Tensión Residual Macroscópica	124
5.4.2 Efecto del tratamiento térmico sobre la Tensión Residual Microscópica	127

5.5 TENSIONES RESIDUALES Y COMPORTAMIENTO MECÁNICO. EFECTO DE DIFERENTE RESISTENCIA MECÁNICA.....	130
5.6 ASPECTOS CINÉTICOS. RELAJACIÓN CON TRATAMIENTOS TÉRMICOS.....	135
5.6.1 Cinética de Relajación de Tensiones Residuales.....	135
5.6.2 Cinética de la evolución del Límite Elástico.....	141
5.6.3 Correlación entre la cinética de Relajación de Tensiones Residuales y el decaimiento del Límite Elástico con Tratamientos Térmicos.....	144
5.7 EFECTO DE LA DEFORMACIÓN PLÁSTICA.....	145
 CAPÍTULO 6. CONCLUSIONES Y TRABAJO FUTURO.....	 153
6.1 CONCLUSIONES.....	153
6.2 LÍNEAS DE INVESTIGACIÓN FUTURA.....	156
BIBLIOGRAFÍA.....	157

GLOSARIO DE SÍMBOLOS Y ABREVIATURAS

AMAP	Anchura a Mitad de Altura de Pico. También FWHM
Ax	Axial
BESSY	Berliner Elektronenspeicherring-Gesellschaft für Synchrotronstrahlung, Sociedad del Anillo de Almacenamiento de Electrones Berlín para Radiación de Sincrotrón
CTE	Coefficient of Thermal Expansion, Coeficiente de Expansión Térmica
Dev	Término Deviator de la tensión o Tensión Deviatora
DRM	Efecto de Diferente Resistencia Mecánica
DRMMC	Discontinuously Reinforced Metal Matrix Composite, Material Compuesto Reforzado por Partículas Discontinuas
EDDI	Energy Dispersive Diffraction, Difracción de Dispersion de Energía
E219	Al6061-15 vol% SiC _(w) . Material compuesto de matriz Aluminio 6061 reforzado al 15% en volumen de whiskers de SiC, obtenido por vía pulvimetalúrgica.
E220	Aleación de aluminio 6061 obtenida por vía pulvimetalúrgica
EDX	Energy Dispersive X-Ray Spectrometry, Espectrometría por Dispersión de Energía de Rayos X
ESRF	European Synchrotron Radiation Facility, ubicado en Grenoble, Francia
FE	Finite Elements, Elementos finitos
FEA	Finite Elements Analysis, Análisis por Elementos Finitos
FSP	Friction Stir Processing, Procesado por Fricción Batida
FWHM	Full Width at Half Maximum, Anchura a Mitad de Altura de Pico (AMAP)
Hyd	Término Hidrostático de la tensión o Tensión Hidrostática
HZB	Helmholtz Zentrum Berlin. Centro Helmholtz de Berlín, Alemania
ILL	Institut Laue Langevin, ubicado en Grenoble, Francia
IM	Ingot Metallurgy, Metalurgia de Colada
LPPD	Low Pressure Plasma Deposition, Deposición por Plasma de Baja Presión
ND	Neutron Diffraction, Difracción de Neutrones
NPL	Neutron Physics Laboratory, ubicado en Řež, Rep. Checa
OA	Over-ageing. Tratamiento térmico a estado sobre-envejecido
ODF	Orientation Distribution Function, Función de Distribución de Orientaciones
OM	Optical Microscopy, Microscopía Óptica
PCG	Peripheral Coarse Grain, Grano Grueso Periférico
PM	Powder Metallurgy, Pulvimetalurgia
PMMA	Polimetil metacrilato
PSD	Position Sensitive Detector, Detector sensible a Posición
PSN	Particle Stimulated Nucleation, Nucleación Estimulada por Partículas
Rad	Radial
Ref	Refuerzo
SCC	Stress Corrosion Cracking, Agrietamiento por Corrosión Bajo Tensión
SDE	Strength Differential Effect, Efecto de Diferente Resistencia Mecánica
SEM	Scanning Electron Microscopy, Microscopía electrónica de Barrido
SRD	Synchrotron Radiation Diffraction
T4	Tratamiento térmico de solubilización y temple
T6	Tratamiento térmico de envejecimiento a máxima dureza desde T4
Tan	Tangencial
VHN	Vickers Hardness, Dureza Vickers
W2A00A	Aluminio 2014 obtenido por colada
W2A15A	Al2014-15 vol% Al ₂ O _{3 (p)} . Material compuesto de matriz Aluminio 2014 reforzado al 15% en volumen con partículas de alúmina, obtenido por colada.
W6A00A	Aluminio 6061 obtenido por colada
W6A15A	Al6061-15 vol% Al ₂ O _{3 (p)} . Material compuesto de matriz Aluminio 6061 reforzado al 15% en volumen con partículas de alúmina, obtenido por colada.
α	Parámetro de ajuste parabólico, término de segundo grado

b	Vector de Burgers Anchura de haz en (5.1) y (5.2) Parámetro de ajuste parabólico, término de primer grado
c	Velocidad de la luz Parámetro de ajuste parabólico, término independiente
C	Matriz de constantes elásticas
d	Espaciado reticular Diámetro de partícula en (1.3) Diagonal menor del prisma de difracción en (5.2)
D	Diagonal mayor del prisma de difracción en (5.2)
E	Energía de una radiación Módulo de Young Fuerza motriz en (1.15)
f	Fracción refuerzo, normalmente en tanto por uno
F_v	Fracción en volumen de partículas en (1.16)
G	Módulo de cizalla
h	Constante de Plank
hkl	Índices de Miller
I	Matriz Identidad
K	Coeficiente de endurecimiento
l	Distancia Interparticular
L	Longitud
m	En subíndices y superíndices suele hacer referencia a "Micro"
M	En subíndices y superíndices suele hacer referencia a "Macro"
N	Exponente de endurecimiento
P	Fuerza de anclaje que ejercen la partículas sobre los límites de grano en (1.16)
\bar{q}	Vector de difracción
Q_s	Energía de activación
r	Radio o posición a lo largo del eje radial en simetría cilíndrica
R	Valor del radio de muestra cilíndrica Constante universal de los gases ideales
s	Relación de aspecto en (1.4)
S	Tensor de Eshelby
t	Altura de haz en (5.1) y (5.2)
T	Temperatura En subíndices y superíndices suele hacer referencia a "Total"
V	Volumen
α	Coeficiente de expansión térmica
γ	Energía del límite de grano
ε	Deformación Constante en (1.15)
θ	Ángulo de Bragg
λ	Longitud de onda
ν	Coeficiente de Poisson
μ	Micra, μm . A lo largo del trabajo se ha optado por la notación μ que también puede encontrarse en bibliografía
ρ	Densidad de dislocaciones
σ	Tensión
σ_E	Límite elástico
σ_0	Parámetro de ajuste exponencial, valor de la variación total
σ_∞	Parámetro de ajuste exponencial, valor asintótico

τ	Resistencia al movimiento de dislocaciones en (1.2) en modelo de Orowan Parámetro de ajuste exponencial, tiempo de relajación Tensión de cizalla en (1.3) Modelo de Shear-Lag
φ	Ángulo alrededor el eje axial del cilindro
ψ	Ángulo formado entre el vector de difracción y el eje principal de la muestra sobre el que se realiza el abatimiento en el sistema de referencia adoptado
ϖ	Frecuencia

OBJETIVOS Y RESUMEN

El objetivo de este trabajo es alcanzar, desde un punto de vista experimental, un conocimiento más profundo del modo en que las tensiones residuales, generadas por temple, se distribuyen a lo largo de un material y evolucionan con tratamientos termo-mecánicos. Así mismo, del modo en que la matriz metálica de un material compuesto con refuerzo cerámico acomoda el desajuste térmico y mecánico inducido por la presencia de una segunda fase de refuerzo.

Además, se tendrá en cuenta cómo factores, tales como el tipo de aleación, la microestructura, el tipo de refuerzo o incluso el proceso de fabricación pueden afectar a la distribución de tensiones residuales.

La presencia de tensiones residuales juega un papel primordial en el diseño y fabricación actual de componentes de ingeniería. Su generación, por la mayoría de técnicas de procesado, tales como conformado, mecanizado, soldadura, etc. se conoce desde hace tiempo.

Los modelos de análisis por elementos finitos son capaces de predecir mapas útiles de tensión residual macroscópica. Sin embargo, los resultados obtenidos mediante técnicas de medida tradicionales no corroboran estas predicciones de forma suficientemente precisa. El planteamiento se complica cuando entra en juego la tensión residual microscópica, la que se genera como consecuencia de la presencia de segundas fases. Este es el caso de los Materiales compuestos de Matriz Metálica.

Para ello, se ha realizado una caracterización completa y comparativa de tres Materiales Compuestos de Matriz Aluminio con Refuerzo Discontinuo, y las tres aleaciones sin reforzar. Por un lado, se han investigado la microestructura, los Coeficientes de Expansión Térmica y las Propiedades Mecánicas (dureza, tracción compresión y endurecimiento), con diferentes tratamientos de envejecimiento y recocido.

Por otro lado, se ha investigado la distribución de la tensión residual generada en muestras cilíndricas por efecto de un temple mediante técnicas de difracción de Neutrones y de Radiación de Sincrotrón. También se ha estudiado la evolución de los perfiles de tensión con el estado de precipitación, a saber, recién templado, máximo endurecimiento, y sobre-envejecido. Los factores clave que han permitido obtener la distribución de tensiones en muestras de tamaño reducido son la alta resolución espacial y el poder de penetración que permiten alcanzar las técnicas de difracción de Neutrones y de Radiación de Sincrotrón.

Se ha estudiado la evolución de la tensión residual con tratamientos térmicos habituales en industria, y se ha relacionado con la variación del límite elástico en las mismas condiciones. Los resultados muestran interesantes diferencias entre materiales compuestos y aleaciones sin reforzar, sobre las que subyacen diferentes mecanismos de relajación de la tensión. Factores como la geometría y las dimensiones de muestra, así como las propiedades mecánicas de la matriz, afectan a la distribución de tensión macroscópica que tiene lugar en el temple. Otros como la microestructura, y la presencia de refuerzo en los materiales compuestos están más relacionados con las diferencias en velocidad de relajación encontradas.

Sin embargo, la tensión residual microscópica permanece independiente de la geometría de la muestra. Se observó no obstante, cierta correlación entre el nivel de micro tensión y la diferencia en Coeficiente de Expansión Térmica entre la matriz y el refuerzo. También se observó que el tamaño de partícula del refuerzo, y el nivel de macro tensión alcanzado en la matriz afectan al comportamiento de la tensión residual.

Por último, se ha estudiado el efecto de la deformación plástica, en tracción y en compresión, sobre el estado de tensión residual. Aunque tensión y compresión tienen esencialmente el mismo efecto a grados de deformación bajos, se observaron diferencias interesantes a mayores deformaciones.

OBJECTIVES AND SUMMARY

The aim of this work is to achieve, from an experimental standpoint, a deeper understanding of the way in which residual stress, generated by quenching, is distributed along the material and evolves with thermo-mechanical treatments. Also, the way in which the metallic matrix of a ceramic reinforced composite material accommodates thermal and mechanical mismatches induced by the presence of a reinforcing second phase.

It will be taken into account as well, how factors such as alloy type, microstructure, type of reinforcement, or even manufacturing processes, may influence the distribution of residual stress.

The presence of Residual Stress plays a paramount role in current design and fabrication of engineering components. Its generation by most of processing techniques, such as shaping, machining, welding, etc., has long been known.

Finite element analysis models are usually capable of predicting useful macroscopic stress maps, but stress determination by traditional experimental techniques does not support these predictions accurately enough. The picture becomes more complex when microscopic residual stress, such as those arisen from the presence of second phases are involved. This is the case of Metal Matrix Composites.

The aim of this work is to achieve, from an experimental standpoint, a deeper understanding of the way in which metallic matrix accommodates thermal and mechanical mismatches induced by the presence of a second phase, and how factors such as alloy type, microstructure, type of reinforcement, or even manufacturing processes, may influence the distribution of residual stress.

To this end, a full and comparative characterization of three Discontinuously Reinforced Aluminium Matrix Composites was carried out. The three unreinforced matrices, were studied as well. On the one hand, microstructure, crystallographic

texture, Coefficients of Thermal Expansion and mechanical properties (hardness, tensile-compressive and hardening behavior) have been investigated with different ageing and annealing heat treatments.

On the other hand, residual stress generated in cylindrical samples by quenching, were mapped by Neutron and Synchrotron Radiation diffraction techniques. The evolution of these profiles with the ageing condition, namely, in as-quenched, full-hardened, and over-aged, was also investigated. The key factors enabling stress mapping in small samples were the high spatial resolution and the penetration power achievable by Neutron and Synchrotron Radiation diffraction techniques.

The evolution of residual stress with industrially relevant heat treatments was studied and correlated with that of the Yield Stress. Results show interesting differences between unreinforced matrices and composites underlying different mechanisms of stress relaxation. Factors such as sample shape, size, and matrix mechanical properties, influence the macroscopic residual stress profile achieved after quenching. Others like microstructure, and the presence of reinforcement in composites, are related to the different relaxation rates of macroscopic stress found.

Microscopic residual stress distribution, however, remained independent from sample shape. Rather, some correlation was observed between the amount of micro residual stress and the difference in Coefficient of Thermal Expansion of the matrix and the reinforcement, respectively. It was observed as well that particle size of the reinforcement, and the level of macro stress achieved by the matrix, had influence on the behavior of micro stress.

Finally, the effect of plastic strain, both tensile and compressive, on the residual stress state was also studied. Although tension and compression have essentially the same effect at low strain levels, interesting differences were observed at higher strains.

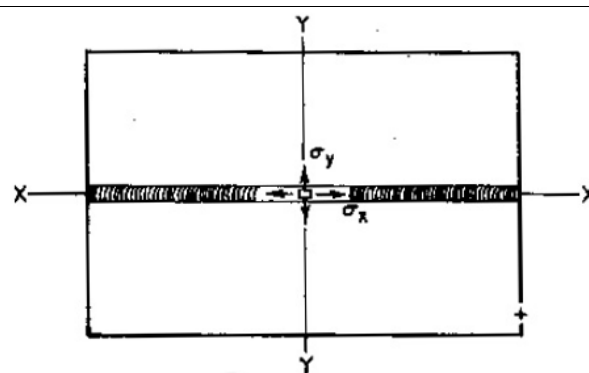
- INTRODUCCIÓN-

La presencia de las tensiones residuales juega un papel fundamental en la fabricación de componentes y equipos en la Industria, de acuerdo a los Códigos actuales de Ingeniería. Muchos de los tratamientos y requisitos de fabricación en ellos recogidos, están destinados al control de la tensión residual. Su generación es frecuente en los procesos de fabricación habituales, tales como temple, soldadura, conformado, etc.

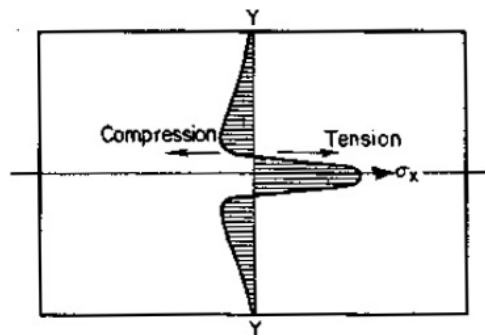
Los efectos de las tensiones residuales son variados. En la mayoría de ocasiones, la presencia de tensiones residuales de tracción se considera perjudicial porque su efecto puede sumarse al de una tensión externa aplicada y producir el fallo de un componente antes de lo previsto por sus condiciones de diseño. Sin embargo, existen casos en los que la presencia de determinados campos de tensión residual resulta beneficiosa para el comportamiento del material frente a determinadas sollicitaciones. Es el caso, por ejemplo, de la tensión que puede generarse en materiales mediante procesos como el *shot peening* [1]. Entre otros efectos, se consiguen generar campos de tensión de compresión sub-superficiales “a medida”, que mejoran el comportamiento a fatiga del material. Las aplicaciones para las que se utiliza esta técnica son variadas, desde biomateriales para implantes, en aleaciones como Ti6Al4V [2,3], a refuerzos de altas prestaciones para hormigón armado.

Los tratamientos termo mecánicos típicos en fabricación generan estados de tensión residual en los que el nivel de tensión varía de forma pronunciada a lo largo del material. Es habitual encontrar, regiones adyacentes de material que acumulen campos de tensión residual de signo contrario. Por ejemplo, en el caso de soldadura

a tope (extremo con extremo) de chapas a penetración total, el perfil típico de tensión residual es de tracción a nivel del metal depositado y zona afectada por el calor, y de compresión en la zona inmediatamente adyacente del metal base [4].



Soldadura a tope (Butt-weld)



Distribucion de σ_x a lo largo del eje YY

Figura i.1 Distribución teórica de la distribución de la tensión residual, σ_x , en el eje transversal al cordón de una soldadura a tope. Figura traducida y adaptada de [5]

Esta distribución de tensión representa un posible punto de iniciación para el agrietamiento de la zona sometida a tensiones de tracción, sobre todo cuando se sueldan chapas de alto espesor, o bien, cuando entra en juego la exposición a medios químicos específicos, como pueden ser soluciones de ácido sulfhídrico o soluciones cáusticas, en el caso de los aceros al carbono. Este fenómeno se conoce comúnmente como agrietamiento por corrosión bajo tensión o *Stress Corrosion Cracking*, SCC [6,7].

La simulación por Elementos Finitos, FEA, ha demostrado ser una técnica útil para la predicción de la distribución de tensiones residuales en materiales [4,5,8]. Sin

embargo, su aplicabilidad es limitada cuando entran en juego tensiones residuales microscópicas, derivadas de la presencia de fases distintas, como es el caso de los materiales compuestos. En los últimos tiempos se han desarrollado modelos tridimensionales multiescala, para la predicción de este tipo de tensiones en materiales multifase [9,10].

La determinación experimental del modo en que las tensiones residuales se distribuyen sobre el volumen de un componente, por medio de técnicas no destructivas, no resulta una tarea sencilla. Desde un punto de vista experimental, la difracción de radiaciones de alta energía y poder de penetración, tales como neutrones o radiación de sincrotrón, ND y SRD respectivamente, han probado ser herramientas magníficas para este fin. En este trabajo de Tesis Doctoral se han utilizado ampliamente estas técnicas para profundizar en el estudio de la distribución de tensiones residuales generadas por temple, en su evolución con tratamientos térmicos muy comunes en procesos de fabricación actuales, así como con la deformación plástica aplicada.

Se han estudiado varios materiales compuestos de matriz aluminio y refuerzo cerámico discontinuo, y las respectivas aleaciones de aluminio sin reforzar. En todos los casos se ha llevado a cabo además un profundo estudio de caracterización microestructural, de textura y de propiedades mecánicas, que a su vez resulta fundamental para comprender el comportamiento de las tensiones residuales.

El interés en estos materiales en el ámbito de este trabajo proviene de una conjunción de diversos factores: las aleaciones de aluminio son endurecibles por precipitación, muy versátiles desde un punto de vista metalúrgico ya que sus propiedades se pueden “diseñar”, dentro de un orden, mediante tratamientos térmicos. Además admiten la adición de una segunda fase cerámica a modo de refuerzo, que permite mejorar aún más algunas propiedades mecánicas más allá de las posibilidades de los tratamientos metalúrgicos convencionales. El interés industrial de las aleaciones y los materiales compuestos de matriz aluminio radica en la óptima combinación entre comportamiento mecánico, bajo peso, y facilidad de

obtener componentes en formas complejas por diferentes técnicas. Esto les hace excelentes candidatos para selección de materiales en el ámbito de la ingeniería aeronáutica. Desde el punto de vista de difracción, el aluminio presenta valores de coeficiente de absorción de radiación, que posibilita el estudio de tensiones residuales por técnicas de difracción con mayor facilidad que en otras aleaciones.

Comenzamos.

- PARTE I: CONCEPTOS Y TÉCNICAS -

CAPÍTULO 1. REVISIÓN CONCEPTUAL

1.1. ALEACIONES DE ALUMINIO

El aluminio es uno de los metales más comunes en la tierra, y el material metálico no férreo más producido en nuestros días. Originalmente fue identificado por el químico británico Sir Humphrey Davy en 1809 y posteriormente aislado por el físico danés Hans Christian Ørsted mediante electrólisis en 1825. Su producción en aquellos años era tan costosa que llegó a considerarse durante buena parte del siglo XIX como un metal precioso. Más tarde, hacia final de siglo todo cambió con el método Hall-Hérault, que consiste en un proceso electrolítico de reducción de óxido de aluminio (alúmina) en criolita con ánodos de carbono, y que actualmente sigue siendo el medio empleado en la obtención de Al.



Este método fue descubierto y patentado de forma independiente por el ingeniero estadounidense Charles Martin Hall, y por el científico francés Paul Héroult, en diferentes fechas durante el transcurso del año 1886, de ahí que el proceso comparta los apellidos de sus inventores. Pero curiosa y sorprendentemente, ambos compartían año de nacimiento, y compartirían año de defunción.

Las aleaciones de aluminio conforman un grupo de materiales de propiedades muy interesantes desde un punto de vista estructural, tecnológico y científico. Presentan una densidad muy baja, en torno a $2,7 \text{ g/cm}^3$, lo que hace que sean materiales muy ligeros en comparación con materiales más comunes como el hierro y los aceros ($7,83 \text{ g/cm}^3$).

Su estructura cristalográfica es cúbica centrada en las caras FCC, lo que les confiere una elevada ductilidad, incluso a temperaturas muy bajas. Por otro lado, su resistencia mecánica se puede mejorar, bien mediante trabajo en frío, bien mediante la adición de elementos aleantes (los más comunes cobre, magnesio, silicio, manganeso y cinc), o bien mediante precipitación. En este tipo de materiales se produce endurecimiento por precipitación de segundas fases inducida mediante tratamiento térmico. Las aleaciones de aluminio exhiben además una excelente resistencia a la corrosión, debido a su elevada tendencia a la pasivación. Muestran una gran soldabilidad en muchas de sus aleaciones, y gran facilidad para ser conformadas o mecanizadas. Debido a estas características constituyen un grupo de materiales con muchas aplicaciones en diversos sectores de ingeniería, aeronáutico, naval, químico, civil, etc.

Las aleaciones de aluminio para forja se clasifican en familias o series, dependiendo de sus aleantes. En total, existen 9 familias diferentes cuya composición puede ser consultadas en [11,12]. Por su relevancia en el presente trabajo, se hace preciso destacar dos de ellas. Por un lado, la serie “2xxx”, que engloba aquellas aleaciones en las que el principal elemento aleante es el cobre, aunque se pueden especificar otros elementos, como el magnesio, dependiendo de la aleación. Por otro lado la serie “6xxx” que aglutina aleaciones de aluminio en las que el magnesio y el silicio son los principales elementos aleantes.

Los métodos de fabricación se pueden clasificar en dos grupos. Los que dan lugar a productos estandarizados, que incluyen, chapa, barra, cable, tubos y tubuladura, y perfiles, como pueden ser el laminado, trefilado, etc. por un lado, y los que resultan en productos ingenieriles por otro, diseñados para aplicaciones específicas y que

incluyen componentes obtenidos mediante extrusión, forja, colada, estampado y pulvimetalurgia (PM) entre otros.

1.1.1 LA ALEACIÓN 2014

También designada como Al92014 o AlCu₄SiMg. Se engloba dentro de la serie 2xxx, aleaciones de Aluminio con Cu y Mg como principales elementos aleantes. Sus intervalos típicos de composición en masa (%) son [11]: Si [0.5-1.2], Fe 0.3, Cu [3.9-5], Mn [0.4-1.2], Mg [0.2-0.8], Cr 0.1, Zn 0.25, Ti 0.15, y 0.15 total de otros elementos no especificados. En general, las aleaciones aluminio-cobre-magnesio, que contienen hierro, poseen una alta estabilidad dimensional y buenas características de abrasión, así como elevada dureza y resistencia mecánica a elevada temperatura.

Estas aleaciones requieren de tratamiento térmico para optimizar sus propiedades mecánicas. Por solubilización y temple es posible obtener propiedades mecánicas parecidas a las de aleaciones de acero de bajo contenido en carbono. Por tratamientos térmicos adicionales, es posible modificar el estado de precipitación de segundas fases. Dicha modificación afecta a las propiedades mecánicas del material, generalmente produciendo un aumento de la dureza y la resistencia mecánica, que a la vez suele llevar aparejado una significativa reducción en ductilidad y alargamiento por tracción [13]. Como contrapartida, su resistencia a la corrosión es menor que en aleaciones de otras familias, y no presentan una buena soldabilidad. Están, por tanto, muy demandadas sobre todo en aplicaciones que requieran una elevada relación resistencia-peso como en el sector del transporte.

En las aleaciones Al 2014, la secuencia de precipitación que tiene lugar es: Zonas de Guinier Preston – precipitados θ'' – precipitados θ' – precipitados θ (CuAl₂). En estas aleaciones la precipitación de segundas fases afecta enormemente las propiedades mecánicas del material [14,164].

1.1.2 LA ALEACION 6061

También designada como A96061 o AlMgSiCu. Estas denominaciones abarcan las aleaciones con límites de composición en % [11]: Si [0.4-0.8], Fe 0.7, Cu [0.15-0.4], Mn 0.15, Mg [0.8-1.2], Cr [0.04-0.35], Zn 0.25, Ti 0.15, y 0.15 de otros elementos no especificados. Como en el caso anterior, las aleaciones de la serie 6xxx son tratables térmicamente, es decir, sus propiedades mecánicas están condicionadas por un tratamiento térmico que puede modificar el estado de precipitación hasta alcanzar la fase estable Mg_2Si [171]. En las aleaciones de Al 6061 se da la siguiente secuencia de precipitación: solución sólida sobresaturada – zonas de Guinier-Preston – precipitados β'' – precipitados β' – precipitados β (Mg_2Si) [15,16]. Estas aleaciones poseen una buena soldabilidad, capacidad para ser mecanizadas y buena resistencia a la corrosión. Sin embargo, no alcanzan valores de resistencia mecánica tan elevados como los de la serie 2xxx.

1.2 MATERIALES COMPUESTOS

Constituyen un grupo amplio de materiales formados por una fase que actúa como matriz, y una o más fases que actúan como refuerzo, modificando las propiedades del conjunto. Sería imposible obtener el perfil de propiedades resultante mediante los materiales que lo constituyen por separado.

Hasta nuestros días se han desarrollado diferentes teorías y modelos matemáticos con el fin de explicar, e incluso predecir, el comportamiento de los materiales compuestos. Sin embargo, en la práctica no es posible describir de forma global el comportamiento de estos materiales mediante una única aproximación. El comportamiento real de los compuestos depende en gran medida del tipo de material compuesto del que se trate y de la morfología del refuerzo.

En principio, dos materiales cualesquiera según las condiciones arriba indicadas se podrían combinar o mezclar partiendo de diferentes morfologías de refuerzo. El presente trabajo abordará los materiales compuestos en los que la matriz metálica es una aleación de aluminio, 2014 ó 6061, y el refuerzo es un cerámico de tipo discontinuo, consistente en whiskers –fibras cortas- de SiC, o partículas de Al_2O_3 ,

ambos uniformemente distribuidos y embebidos en la matriz. Por consiguiente, su clasificación podría acotarse como Materiales Compuestos de Matriz Metálica y Refuerzo Cerámico Discontinuo, cuyas siglas en inglés, ampliamente referidas en bibliografía son DRMMC. Estos materiales combinan la elevada ductilidad, tenacidad, facilidad de conformado y mecanizado de la aleación que actúa como matriz, con la rigidez y elevada estabilidad de la fase cerámica reforzante [17,148,155,163].

1.2.1 PROCESADO DE MATERIALES COMPUESTOS

Las propiedades mecánicas finales de un DRMMC, dependen de multitud de factores. Algunos resultan inherentes a los materiales seleccionados, como puede ser la naturaleza de la matriz metálica o del refuerzo. Sin embargo otros son consecuencia del tipo de procesado. Entre ellos, posiblemente la naturaleza de la intercara entre la matriz y el refuerzo sea el factor decisivo [18].

Los métodos de obtención se pueden clasificar en dos grupos, la vía líquida, que incluye métodos como colada o ingot metallurgy (IM), y la vía sólida, en la que la técnica más habitual es el procesado por pulvimetalurgia o powder metallurgy (PM) [19], que se trata de un proceso sólido-sólido. Existen otros procesos de fabricación desarrollados más recientemente como los procesos por deposición, como la deposición por plasma a baja presión (LPPD) o también otros como el procesado por fricción batida (FSP), consistente en un proceso sólido-sólido que pone en juego de forma directa una gran cantidad de deformación [20]. Los materiales utilizados en este trabajo han sido procesados IM y por PM.

La vía húmeda ofrece entre sus ventajas rapidez de procesado y bajo coste. En materiales compuestos procesados por IM, el metal fundido se mezcla con el refuerzo en un molde. En este tipo de técnicas resulta fundamental que exista un buen mojado del refuerzo por parte del metal fundido sin que tenga lugar una excesiva reactividad entre ambos. Para este fin se han desarrollado en los últimos tiempos diferentes técnicas comerciales, como es el squeeze casting, el compocasting, etc. [18,21,22,97]. En materiales compuestos Al-SiC el mojado

generalmente es favorable, por lo que este tipo de materiales han proliferado enormemente. Sin embargo, una limitación habitual de esta técnica suele ser una dispersión del refuerzo menos homogénea y una mayor reactividad entre fases en comparación con otras técnicas.

En el caso de las técnicas de pulvimetalurgia, el metal que forma la matriz se transforma en polvo de grano fino mediante técnicas de atomización. El punto clave radica en una buena mezcla entre las fases en estado sólido, que se puede realizar por diferentes técnicas ya sea por vía seca o húmeda. La técnica más extendida para la consolidación de la mezcla pulvimetálgica consiste en el prensado en caliente con desgasificación a vacío, de la que se obtienen compactos de material compuesto o “billets”. Sin embargo existen otras técnicas, que se omitirán en esta introducción, pero cuya descripción se puede encontrar en la bibliografía [24].

El tipo de consolidación de los compactos de material compuesto puede ejercer gran influencia sobre factores que afectarán al resultado final de las propiedades mecánicas, como son:

- El tamaño de partícula de refuerzo, por rotura del mismo, sobre todo en los casos de mayor relación de aspecto.
- La reactividad de las fases. A la temperatura de consolidación (solidificación o sinterización) se puede dar lugar a productos de reacción en la intercara entre matriz y refuerzo [25], que condicionan la efectividad de la interacción entre ambas.
- La dispersión homogénea del refuerzo en la matriz.

En ambos casos (IM ó PM), las propiedades finales del compuesto se alcanzan mediante una o varias etapas de deformación. El procesado más usual es por extrusión del material solidificado o consolidado, típicamente con relaciones de extrusión superiores al 10:1. La extrusión ejerce un elevado grado de deformación que se puede controlar variando parámetros como la forma de la matriz de extrusión, o la temperatura. Tras la extrusión pueden tener lugar otras operaciones

de procesado como la forja o laminación. La elevada deformación alcanzada en estos procesos mejora la resistencia y ductilidad del material final con respecto al consolidado. La causa de esta mejora de propiedades tiene dos aportaciones diferenciadas. Por un lado, como consecuencia del afino y homogeneización del tamaño de grano de la matriz. Y por otro lado, los procesos de deformación producen una redistribución del refuerzo en una dirección preferencial que da lugar a cierto carácter anisótropo de las propiedades mecánicas de los DRMMC.

La mayoría de autores encuentra que la mejora de las propiedades mecánicas introducidas por el refuerzo es superior en materiales procesados por pulvimetalurgia que en materiales procesados por colada. Ahora bien, mientras que algunos atribuyen mucho peso en esta influencia al propio procesado PM, otros atribuyen estas diferencias a segregaciones de partículas de refuerzo durante la fabricación, a faltas de unión efectiva entre matriz y refuerzo, y a formación de cavidades, que son más comunes y difíciles de evitar en materiales compuestos procesados por colada [26-31,35].

Aunque no cabe duda de que la técnica de procesado juega un papel decisivo en los mecanismos de refuerzo que tienen lugar en materiales compuestos, las relaciones entre procesado y propiedades no están en la actualidad tan esclarecidas como para poder abordar evidencias experimentales o acometer un diseño mecánico determinado basado en este tipo de materiales, sin realizar una profunda caracterización microestructural y mecánica de cada caso en particular. O bien, como para poder estandarizar materiales, en función de su procesado, tratamiento térmico y propiedades, de forma tan concreta e inequívoca como en el caso de materiales monolíticos recogidos en manuales metalúrgicos de amplio uso hoy en día en ámbitos industriales [11,12].

1.2.2 MECANISMOS Y MODELOS MATEMÁTICOS DESCRIPTIVOS DEL COMPORTAMIENTO DE MMCs

En los últimos cincuenta años se han realizado grandes esfuerzos para entender el comportamiento de los materiales compuestos así como para predecir y modelizar el efecto que el refuerzo ejerce sobre las propiedades mecánicas del material. Estas teorías se pueden dividir en dos grupos, por un lado, un primer grupo que engloba modelos microestructurales, es decir, todos aquellos modelos basados en fenómenos de endurecimiento de la matriz por efecto del refuerzo [27,28,32,33,34,39,149-152,156,166,173-175], y por otro lado, los modelos mecánicos, aquellos basados en fenómenos de interacción entre matriz y refuerzo [35,36,37].

1.2.2.1 MODELOS MICROESTRUCTURALES

En los modelos microestructurales, el efecto de aumento de resistencia se atribuye a los diferentes cambios microestructurales que experimenta la matriz como resultado de la presencia de partículas de refuerzo. Orowan estableció que para partículas con una relación de aspecto apreciable y distribución uniforme, la resistencia que oponen las partículas al movimiento de las dislocaciones es inversamente proporcional a la distancia interparticular, y puede ser establecida mediante una relación del tipo,

$$\tau \approx \frac{Gb}{l} \quad (1.2)$$

Donde G es el módulo de cizalladura, b es el vector de Burgers, y l es la distancia entre partículas [32]. Más adelante se sucedieron diferentes refinamientos de esta teoría que consideraban variables más realistas, tales como, distribuciones no regulares de la segunda fase, tamaño del precipitado, y efectos de la microestructura [33,34]. Sin embargo, este mecanismo por sí mismo no llega a dar cuenta por

completo del aumento de resistencia mecánica observado en la práctica en determinados materiales compuestos.

Otros argumentos atribuyen el aumento de la resistencia de la matriz en el material compuesto a un incremento de la densidad de dislocaciones, por aparición de las denominadas Dislocaciones Geométricamente Necesarias (GND) [42], que tiene su origen en la diferencia de coeficientes de expansión térmica entre las fases metálica y cerámica [158,159]. Esta teoría sostiene que durante el procesado del material, la diferente contracción entre ambas fases da lugar a que la matriz plastifique, produciendo una migración de dislocaciones que no llegan a aniquilarse. Como consecuencia, se acumulan para acomodar a la fase de refuerzo. Sin embargo, en materiales compuestos reforzados con partículas no equiaxiales, y extruidos, existe cierta anisotropía en los valores de propiedades mecánicas [37]. Esto pone de manifiesto que este modelo no es capaz de predecir por sí solo el efecto total del refuerzo. Se hace necesario incorporar otros factores para dar cuenta del endurecimiento.

1.2.2.2. MODELOS DE INTERACCIÓN MATRIZ- REFUERZO

Existen diversos modelos que tratan de describir matemáticamente el comportamiento de los materiales compuestos a través de la distribución de cargas que se establece entre la matriz y el refuerzo; algunos son relativamente sencillos, como el modelo de láminas (en inglés, slab model) [43], aplicable a materiales compuestos de fibras largas, en las que ambas fases se encuentran sometidas a la misma tensión. Sin embargo, en la práctica, un material compuesto real no se encuentra nunca en esta situación.

Otro de los modelos ampliamente reconocidos es el de transferencia de carga por cizalla (en inglés, shear-lag). Aunque este término, shear-lag, proviene en realidad de otros ámbitos [44], en el campo de los materiales compuestos se asocia con el análisis de transferencia de carga originalmente propuesto por Cox [37]. La idea fundamental consiste en que al aplicar una tensión axial al compuesto en la

dirección de la fibra, la diferencia de módulo elástico entre matriz y refuerzo produce una transferencia de carga por medio de tensiones de cizalla en la intercara entre ambas según se ilustra de forma esquemática en la figura 1.1, desde la fase de bajo módulo (matriz), a la de alto (refuerzo).

El modelo clásico desarrolla la variación radial de la tensión de cizalla en la matriz, partiendo de la relación de equilibrio entre tensión axial media en la fibra y la tensión de cizalla que se transfiere a la fibra, según

$$\sigma_f = \frac{2\tau_i}{r}(L - x) \quad (1.3)$$

Donde τ_i es la tensión de cizalla, L es la longitud de la fibra, r el radio, y x la posición relativa en la misma.

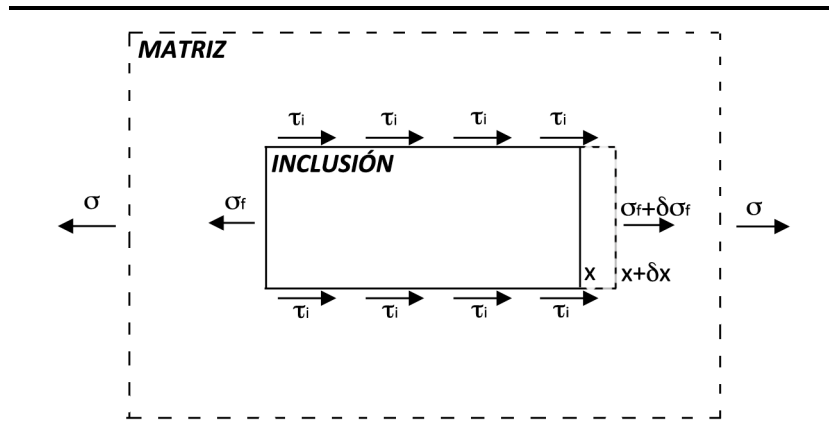


Figura 1.1 Representación esquemática de la base del modelo de transferencia de carga por cizalla.

Se asume que la transferencia de carga máxima se obtiene cuando la tensión de cizalla alcanza el valor del límite elástico de la matriz, σ_y^m , en cuyo caso se puede expresar en función de la relación de aspecto, s [39], según,

$$\sigma_f = \sigma_y^m f\left(1 + \frac{s}{2}\right) \quad (1.4)$$

Esta expresión se correspondería con el límite elástico del compuesto. Sin embargo, las estimaciones realizadas tomando como base únicamente este modelo fallan debido a que las premisas que se deben adoptar no son suficientemente realistas. Se asume que las fibras están perfectamente orientadas y distribuidas, hecho que no ocurre en compuestos reales [40-42,179]. Otros factores que afectan a la rigurosidad de los resultados estimados por este modelo son la relación de aspecto de las fibras de refuerzo, la fracción de volumen, la diferencia entre los módulos del refuerzo y la matriz respectivamente, entre otros aspectos microestructurales.

Para el caso concreto de inclusiones de refuerzo en determinadas fracciones de volumen existe un modelo que resulta más riguroso desde un punto de vista matemático, se trata del “modelo de inclusión equivalente” (en inglés, “ghost inclusion”), propuesto inicialmente por Eshelby [45,46]. El modelo original supone una inclusión de forma elipsoidal en una matriz metálica infinita como si fuera una región de matriz metálica, sometida a una transformación que puede ser expresada matemáticamente como una deformación sin tensión de igual magnitud a la que sufriría la inclusión real, según el esquema de la figura 1.2. El estado de tensiones de la inclusión puede ser descrito de forma analítica a través de la Ley de Hooke,

$$\sigma_I = C_M \cdot (\varepsilon^C - \varepsilon^T) \quad (1.5)$$

Donde σ_I es la tensión en la inclusión, C_M es la matriz de constantes elásticas, y el término $(\varepsilon^C - \varepsilon^T)$ es la deformación requerida para ajustar la inclusión en su hueco. A igualdad de módulo entre ambas fases, Eshelby encontró que ε^C y ε^T se relacionaban a través del tensor de Eshelby, S ,

$$\varepsilon^C = S \cdot \varepsilon^T \quad (1.6)$$

que a su vez depende de la relación de aspecto de la inclusión y del coeficiente de Poisson del material. Desde un punto de vista físico, ε^T representa cualquier desajuste en la matriz por efecto del refuerzo. Por ejemplo, puede bien ser la consecuencia de un tratamiento térmico en un material compuesto real en el que la

matriz y el refuerzo tienen coeficientes de expansión térmica muy diferentes, lo que origina un desajuste en la matriz, según.

$$\varepsilon^T = (\alpha_M - \alpha_I) \cdot \Delta T \quad (1.7)$$

Debido la diferencia de módulos entre ambas fases, no existe relación entre la deformación que sufre la matriz y la que sufre el refuerzo, con lo que el problema matemático planteado en la ecuación (1.5), no podría ser resuelto a priori.

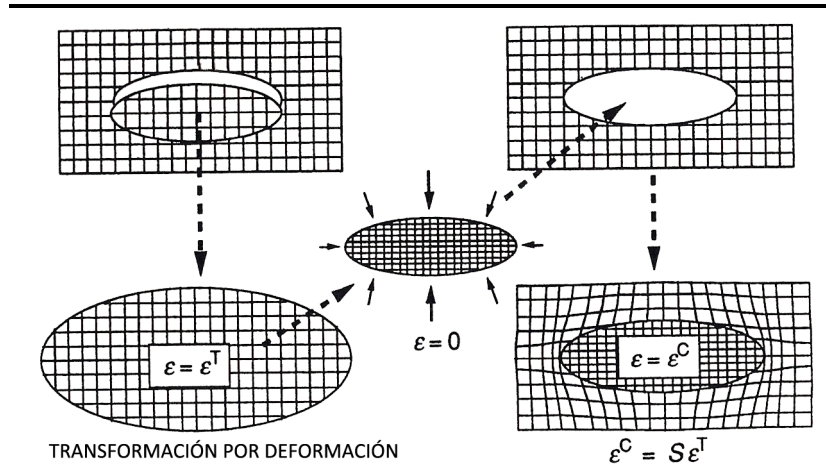


Figura 1.2 Representación esquemática de la solución de Eshelby de corte, transformación sin tensión y pega, de una región elipsoidal. Ilustración tomada y adaptada de [47]

Eshelby consideró una transformación para poder dar una solución al problema, consistente en considerar, en lugar de la inclusión cerámica real, una inclusión equivalente pero con las mismas constantes elásticas y de expansión térmica que la propia matriz, que podría utilizarse analíticamente bajo la condición de que ésta no alterase el estado de tensión de la matriz. De esta forma la tensión en la inclusión equivalente debería ser idéntica a la de la inclusión real, según,

$$\sigma_I = C_M(\varepsilon^C - \varepsilon^T) = C_I(\varepsilon^C - \varepsilon^{T*}) \quad (1.8)$$

Esto permite resolver el problema como,

$$\sigma_I = C_M(S - I)[(C_I - C_M)S + C_M]^{-1}C_I\varepsilon^{T*} \quad (1.9)$$

Donde I es la matriz identidad. Al considerar una carga externa aplicada, esta aproximación seguiría siendo válida, y la solución pasa por incluir la tensión aplicada en el problema como una transformación adicional a la que se someten ambas fases de forma independiente.

El modelo original asume que el estado de tensión se produce por una sola partícula o por partículas alejadas que no produzcan interacción entre sí, por lo que sería válido para fracciones en volumen de refuerzo muy bajas. Sin embargo, evoluciones del modelo [48] introducen el concepto de tensión de fondo que consiste en considerar la resultante de tensión de las interacciones matriz-inclusión del conjunto de partículas que rodean a una partícula dada, como una tensión media el equilibrio,

$$(1 - f) \langle \sigma \rangle_M + f \langle \sigma \rangle_I = 0 \quad \langle \sigma \rangle_M = -\frac{f}{1-f} \langle \sigma \rangle_I \quad (1.10)$$

Tras las transformaciones correspondientes debidas al desajuste y la sustitución por la inclusión equivalente, la tensión media en cada fase puede expresarse como:

$$\langle \sigma \rangle_M = -f C_M (S - I) \varepsilon^T \quad (1.11)$$

$$\langle \sigma \rangle_I = (1 - f) C_M (S - I) \varepsilon^T \quad (1.12)$$

La conclusión inmediata de esta aproximación es que en los materiales compuestos, la presencia de refuerzo produce un desajuste que genera a su vez tensiones internas, que se distribuyen entre la matriz y el refuerzo. De igual forma, la tensión aplicada se distribuirá entre ambas fases de forma proporcional a la fracción de volumen de refuerzo.

Este modelo es extrapolable a otras morfologías de refuerzo, habida cuenta de que siempre es posible imaginar un sistema alternativo que involucre una inclusión equivalente a la real, pero con las constantes elásticas de la matriz, bajo las

condiciones de tensión aplicada. En la actualidad, el tensor de Eshelby ha sido calculado y tabulado para diferentes geometrías de inclusión.

1.2.2.3 MODELOS MIXTOS

Tanto en el modelo de transferencia de carga por cizalla como el modelo de inclusión equivalente, los valores teóricos de límite elástico suelen ser menores que los experimentales cuando se aplican a compuestos con fibras cortas o partículas [49], ya que subestiman el efecto del tamaño de partícula.

Es presumible que la combinación de ambos tipos de mecanismos, de endurecimiento y de interacción matriz-refuerzo, dé como resultado una visión más realista del comportamiento de los materiales compuestos, tal como muestran otros modelos numéricos existentes en la literatura [50,51]. Estos consideran tres regiones en los materiales compuestos, una indeformable a nivel del refuerzo, una zona plástica alrededor del refuerzo con alta densidad de dislocaciones, y otra zona elástica con un comportamiento típico de la matriz sin reforzar. Las propiedades en la primera región podrían calcularse por medio de modelos mecánicos. Las propiedades en la segunda zona responderían a los modelos microestructurales. La resultante de las propiedades se determina por medio de la regla de las mezclas en función de la fracción de volumen de refuerzo en cada región.

1.2.3 PRECIPITACIÓN EN MATERIALES COMPUESTOS CON MATRIZ ENVEJECIBLE

El efecto del refuerzo cerámico sobre la precipitación de segundas fases en el seno de una matriz de aleación de aluminio envejecible de materiales compuestos ha sido ampliamente estudiado [52,53]. Las observaciones indican que la secuencia de precipitación es similar a la que tiene lugar en las aleaciones monolíticas, sin embargo la presencia de refuerzo afecta a la cinética de precipitación. El aumento en la densidad de dislocaciones asociado a este, da lugar un efecto de “precipitación acelerada”, por aumento en la difusividad de los átomos [54-65,169,171].

La precipitación produce endurecimiento de la matriz [66,67], por lo que es posible realizar estudios de envejecimiento mediante curvas dureza en las que se representa la variación de ésta frente al tiempo de tratamiento térmico [68]. Las observaciones experimentales reportadas muestran que en los materiales compuestos se da un endurecimiento más rápido. Este fenómeno se atribuye a que estos materiales compuestos desarrollan una mayor densidad de dislocaciones, que representan caminos fáciles de difusión atómica, y que por tanto aceleran la precipitación.

1.3. CONCEPTOS DE RECRISTALIZACIÓN. NUCLEACIÓN ESTIMULADA POR PARTÍCULAS (PSN)

Las teorías actuales de recristalización arrojan bastante luz sobre los efectos de la presencia de una segunda fase en los procesos de restauración y recristalización, susceptibles de ocurrir tras la deformación severa de un material [176-178]. Durante la deformación, la presencia de partículas de refuerzo aumentan la energía almacenada durante la extrusión, la densidad de dislocaciones, y provocan la formación de heterogeneidades de deformación alrededor de las partículas (e. g. zonas de cizalla o *shear bands*). Dichas heterogeneidades se consideran nuevos núcleos de recristalización de granos (PSN, *particle stimulated nucleation*). Pero a la vez, las partículas en sí mismas pueden actuar como puntos de anclaje de los límites de grano (*Zener pinning*) restringiendo su movimiento, dando lugar a lo que se conoce como efecto *Zenner Drag* [69].

Los tres primeros efectos tienden a promover la recristalización mientras que el último tiende a impedirla. El tamaño de grano resultante así como la textura final del material dependerá de cuál de estos efectos domine [70,168]. Tanto la cinética del proceso, como el tamaño de grano final dependen de una variedad de factores, magnitud de la deformación, tamaño de partícula, distancia interparticular, homogeneidad del refuerzo, su resistencia mecánica, etc. Sin embargo puesto que el estudio exhaustivo de la cinética de recristalización excede el alcance y propósito de este trabajo, se hace preciso enfatizar las causas más probables para las diferencias encontradas en los materiales estudiados.

La nucleación estimulada por partículas (PSN) se ha observado en diferentes aleaciones [74]. El proceso se inicia en las zonas de máxima deformación adyacentes a las partículas, que resultan zonas de máxima desorientación [71,16]. Las condiciones para la nucleación dependen primordialmente del tamaño de partícula, a su vez relacionado con la distancia interparticular, de la deformación, y de la temperatura durante la extrusión [72]. En estos trabajos se ha encontrado que habitualmente la nucleación tiene lugar cuando se sobrepasa un tamaño crítico de partícula superior a una micra. Posteriormente, se propusieron [73] expresiones que cuantificaban la deformación necesaria para producir zonas de alta deformación como precursor potencial de un nuevo núcleo en una partícula determinada de diámetro d ,

$$\dot{\epsilon}_c = \frac{K \cdot \exp\left(\frac{-Q_s}{RT}\right)}{T d^2} \quad (1.13)$$

Donde K es una constante y Q_s la energía de activación para la difusión. A partir de esta expresión se puede determinar el valor del tamaño de partícula crítico, d_f para la formación de nuevos núcleos,

$$d_f = \sqrt{\frac{K \cdot \exp\left(\frac{-Q_s}{RT}\right)}{T \cdot \dot{\epsilon}_c}} \quad (1.14)$$

Es decir, cuanto más severas sean las condiciones de deformación, menor será el radio de partícula necesario para la formación de nuevos núcleos. Por otro lado, asumiendo que en todos los casos estudiados las condiciones de extrusión son tales que, efectivamente se produzca PSN, el crecimiento de los nuevos núcleos se verá afectado por dos fuerzas contrarias, por un lado, la fuerza motriz para la nucleación, que es igual a la energía almacenada por la deformación, y por otro, el efecto de retención de los límites de grano por parte de las partículas [70]. El primer término, la fuerza motriz, se puede expresar según,

$$E_D = \alpha \rho G b^2 \quad (1.15)$$

Donde α es una constante, ρ es la densidad de dislocaciones, G es el módulo de cizalla, y b el vector de Burgers. La fuerza de anclaje que ejercen las partículas, viene dada por el número de partículas que intersecan un determinado límite de grano por la fuerza que cada partícula ejerce sobre el mismo, y puede calcularse por una expresión del tipo [70,75],

$$P_z = \frac{3F_v\gamma}{2r} \quad (1.16)$$

en la que F_v es la fracción en volumen de partículas, γ es la energía del límite de grano, y r el radio de una partícula esférica ideal. La resultante de la diferencia entre ambas fuerzas es la que determinará el tamaño de grano recrystalizado, ya que los nuevos núcleos no crecerán a menos que la fuerza motriz neta, sea positiva. Estas expresiones ponen en juego las propiedades mecánicas de la matriz, y su densidad de dislocaciones, así como la distancia entre partículas de refuerzo (a través de la relación entre la fracción de volumen de refuerzo y su tamaño de partícula). De forma simplificada, y al margen de consideraciones cinéticas, para la misma fracción volumétrica de refuerzo, el término de retención es inversamente proporcional al radio de las partículas, por tanto, se puede deducir que cuanto menor sea el tamaño de partícula de refuerzo del material compuesto, mayor será el efecto de retención de las partículas sobre los límites de grano. Por tanto, el crecimiento estará más impedido, y el tamaño de grano recrystalizado será más fino.

1.4. TENSIONES RESIDUALES

Se denominan tensiones residuales a las que existen en materiales en ausencia de carga externa aplicada [47,75]. En general las tensiones residuales aparecen por efecto de tratamientos termomecánicos no homogéneos, que normalmente tienen su origen en flujo plástico y cambios de volumen o dilataciones térmicas.

Una posible clasificación de las tensiones residuales es la realizada por Macherauch et. Al [76], atendiendo a la escala microestructural con respecto a la cual éstas aparecen, figura 1.3.

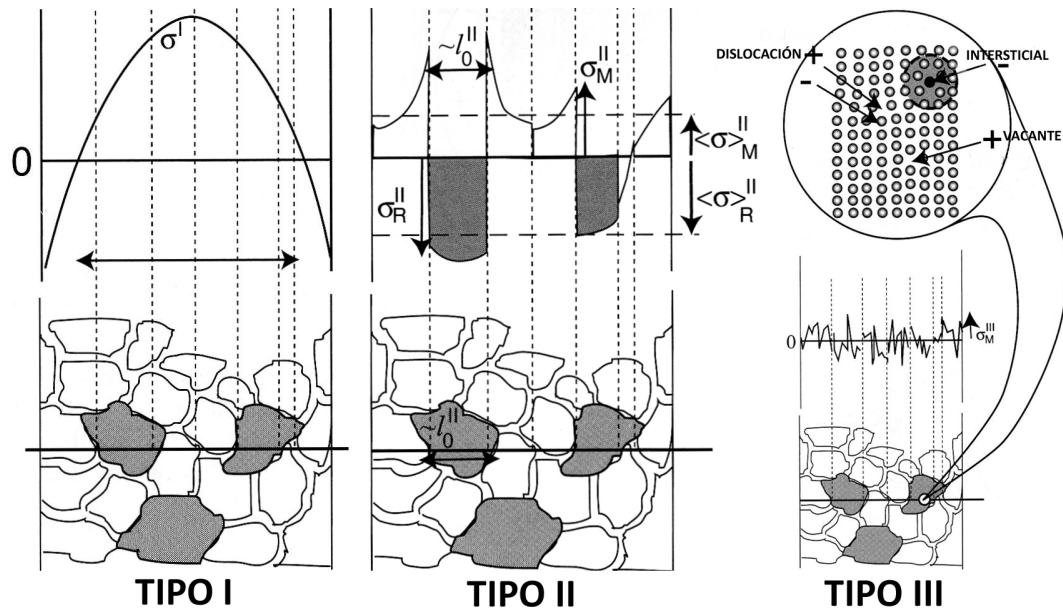


Figura 1.3 Representación esquemática de los tipos de tensiones residuales. Ilustración tomada de [47]

- De primer orden o de tipo I. Son tensiones de la mecánica del continuo. Se equilibran a lo largo del volumen del material.
- De segundo orden o de tipo II. Tienen una extensión del orden de un cristal o grano sencillo. Las fuerzas internas que generan estas tensiones se equilibran a para un número significativo de granos.
- De tercer orden o de tipo III. Poseen una extensión de tan solo unas cuantas distancias interatómicas y por tanto se equilibran normalmente a lo largo de un solo cristal o incluso de una región del mismo. Se asocian a defectos de la red cristalina: precipitados (coherentes o semicoherentes), dislocaciones, defectos puntuales como intersticiales o elementos sustitucionales, maclas, etc.

Las tensiones de tipo I se denominan comúnmente “macroscópicas”, y las de los tipos II y III se engloban conjuntamente dentro del término “microscópicas”. Ambos tipos suelen aparecer en mayor o menor magnitud en materiales reales.

En materiales compuestos, la tensión macroscópica, ya sea aplicada o residual, es un promedio de la tensión a lo largo de un componente, y se distribuye entre ambas fases en forma proporcional a la fracción de cada fase. Coincide con el valor de tensión que presentaría el material si fuese homogéneo.

La tensión microscópica sin embargo, tiene su origen en el desajuste que se produce entre la matriz y el refuerzo [75]. Éste puede estar inducido “térmicamente”, por la diferencia en los CTE de las fases constituyentes [180]. O bien, puede inducirse “plásticamente”, por efecto de las diferencias en módulo elástico entre las fases a la hora de acomodar una deformación plástica externa.

Existe una contribución adicional a la micro-tensión [46,77,78], dada por el desajuste elástico entre las fases, y que da cuenta de la transferencia de carga entre la matriz y el refuerzo cuando existe una tensión aplicada, o residual (macroscópica). Como se ha comentado anteriormente, existe una variedad de modelos que tratan de predecir los valores de cada una de estas contribuciones a la micro-tensión interna que tendrá lugar en materiales compuestos. Entre ellos, los más extendidos son aquellos basados en la aplicación del modelo de la inclusión equivalente Eshelby [45,46], o bien, aquellos basados en análisis por elementos finitos [79-81], que en la práctica tienden a idealizar demasiado las condiciones reales en el interior del material.

Otro tipo de tensiones residuales microscópicas son las tensiones intergranulares. Se desarrollan como consecuencia de la diferente respuesta mecánica entre granos de diferente orientación, y debido a esto pueden aparecer en materiales policristalinos en general. Además, pueden ser especialmente significativas en materiales altamente texturados [82,83,161,172].

Relaciones entre las contribuciones a la tensión residual

Si consideramos la tensión residual macroscópica a lo largo del volumen del material, en ausencia de carga externa aplicada, aquella se equilibra según la condición,

$$\int_V \sigma^I dV = 0 \quad (1.17)$$

En materiales compuestos, la tensión se distribuye entre ambas fases, de forma que en el equilibrio, se puede expresar la relación entre la tensión macroscópica con la tensión total en cada fase a través de la regla de las mezclas, según,

$$\sigma^I = (1 - f)\sigma_m^T + f\sigma_r^T \quad (1.18)$$

Donde f es la fracción en volumen de refuerzo, y σ_m^T , σ_r^T , las tensiones totales en la matriz y en el refuerzo respectivamente. A su vez, éstas pueden expresarse como la suma de la tensión macroscópica y la microscópica en cada fase,

$$\sigma_i^T = \sigma^I + \sigma_i^{II} \quad (1.19)$$

La tensión microscópica, σ_i^{II} , es la resultante de la suma de sus contribuciones, esto es, el desajuste térmico, elástico, etc. Si se obtiene una medida fiable de la tensión total de cada fase, en el equilibrio, es posible obtener el valor de la tensión macroscópica de acuerdo con (1.18). Por consiguiente, es posible obtener el valor de σ_i^{II} , como la diferencia entre la macro-tensión y la tensión total en cada fase,

$$\sigma_i^{II} = \sigma_i^T - \sigma^I \quad (1.20)$$

1.5. DETERMINACIÓN DE LA DISTRIBUCIÓN DE TENSIONES RESIDUALES POR TÉCNICAS DE DIFRACCIÓN.

Existen diferentes formas de medir tensiones residuales en materiales, tanto destructivos (perforación, separación de capa de material), como no destructivos (magnéticos, ultrasonidos, difracción, piezoeléctricos, etc.) [84,85]. Entre ellas la técnicas de Difracción han cobrado una gran importancia en los últimos años gracias a su potencia, resolución y versatilidad.

1.5.1 LA LEY DE BRAGG

La determinación de tensiones residuales por de difracción en materiales cristalinos se basa en la aplicación de la Ley de Bragg.

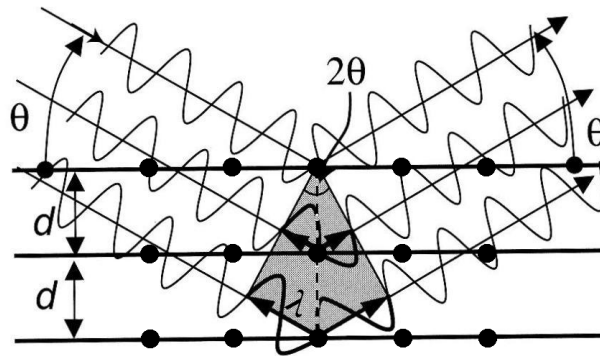


Figura 1.4 Representación esquemática del fundamento de la Ley de Bragg.

De acuerdo a esta ley, una radiación incidente de longitud de onda λ , bajo un determinado ángulo θ produce una interferencia constructiva cuando la distancia interplanar de una determinada familia de planos hkl, d^{hkl} , es proporcional a λ , según la expresión,

$$2d^{hkl}\sin\theta = \lambda \quad (1.21)$$

En la figura 1.5 se muestra un ejemplo de pico de difracción de la reflexión 311 del aluminio obtenido por difracción de neutrones.

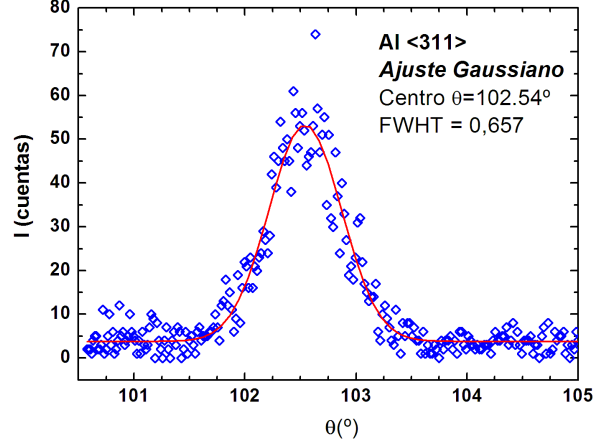


Figura 1.5 Ejemplo de pico de difracción de la muestra W2A15A (reflexión <311>), obtenido por ND en D1A, ILL (Grenoble).

Si se emplea un haz de radiación blanca o policromática, se obtendría el espectro de difracción de energías para cualquier valor de θ , si se dispone de un detector capaz de discriminar la energía de la radiación difractada. De esta forma sería posible relacionar los picos de energía obtenidos con el ángulo de difracción mediante la relación entre la energía y la frecuencia, ϖ ¹,

$$E = h\varpi = h \frac{c}{\lambda} \quad (1.22)$$

Donde h es la constante de Plank y c la velocidad de la luz. Si combinamos esta expresión con la de la Ley de Bragg, entonces,

$$E = \frac{hc}{2d^{hkl} \cdot \sin\theta} \quad (1.23)$$

La comparación del valor de espaciado reticular de un determinado hkl con el que éste debería tener en ausencia total de tensiones residuales, d_0 , permite determinar de forma sencilla la magnitud de la deformación elástica.

¹ En la expresión (1.28) se utiliza ϖ como frecuencia para diferenciarlo del coeficiente de Poisson que será utilizado más adelante en este capítulo.

$$\varepsilon = \frac{d-d_0}{d} \quad (1.24)$$

Por medio de la ley de Bragg se puede describir esta relación en función de la variación del ángulo de difracción como,

$$\varepsilon = -\cot \theta \cdot \Delta \theta \quad (1.25)$$

Como es lógico, resulta indispensable disponer de un valor preciso y fiable del espaciado de referencia, lo que en la práctica a menudo supone uno de los mayores problemas para la determinación de tensiones residuales por esta técnica.

1.5.2. EL ESTADO TRIAXIAL DE TENSIÓN

Siendo ε_{ij} el tensor de deformaciones de un material en un sistema de coordenadas determinado, de forma,

$$\varepsilon_{ij} = \begin{bmatrix} \varepsilon_{11} & \varepsilon_{12} & \varepsilon_{13} \\ \varepsilon_{21} & \varepsilon_{22} & \varepsilon_{23} \\ \varepsilon_{31} & \varepsilon_{32} & \varepsilon_{33} \end{bmatrix} \quad (1.26)$$

Para un sistema de simetría cilíndrica, tal como el de las muestras de los materiales objeto de estudio, es posible realizar una transformación de ejes que permita hacer coincidir las componentes principales de tensión $\varepsilon_{11}, \varepsilon_{22}, \varepsilon_{33}$, con los ejes principales de nuestro sistema de coordenadas de referencia de modo que se anulen las componentes de cizalla $\varepsilon_{12}, \varepsilon_{23}, \varepsilon_{13}$ [86]. El tensor arriba descrito podría describirse como,

$$\varepsilon_{ij} = \begin{bmatrix} \varepsilon_{11} & 0 & 0 \\ 0 & \varepsilon_{22} & 0 \\ 0 & 0 & \varepsilon_{33} \end{bmatrix} \quad (1.27)$$

En geometría cilíndrica las componentes principales del tensor de deformaciones son denominadas axial, radial y tangencial respectivamente, $\varepsilon_{ax}, \varepsilon_{rad}, \varepsilon_{tan}$. La tensión asociada a estas componentes de deformación elástica puede determinarse a través de las ecuaciones de elasticidad para un estado triaxial de tensiones en simetría cilíndrica,

$$\sigma_{ax} = \frac{E}{(1-2\nu)(1+\nu)} \cdot [(1-\nu)\varepsilon_{ax} + \nu(\varepsilon_{rad} + \varepsilon_{tan})] \quad (1.28)$$

$$\sigma_{rad} = \frac{E}{(1-2\nu)(1+\nu)} \cdot [(1-\nu)\varepsilon_{rad} + \nu(\varepsilon_{ax} + \varepsilon_{tan})] \quad (1.29)$$

$$\sigma_{tan} = \frac{E}{(1-2\nu)(1+\nu)} \cdot [(1-\nu)\varepsilon_{tan} + \nu(\varepsilon_{ax} + \varepsilon_{rad})] \quad (1.30)$$

Siendo E y ν , el módulo de Young y el coeficiente de Poisson respectivamente. Para la caracterización del estado tensional de un material resulta útil describirlos en términos de las tensiones hidrostática y desviadora axial (denominada indistintamente como deviatora en este trabajo) que dan información sobre la manera en que se distribuye la tensión y se describen matemáticamente según,

$$\sigma_{Hid} = \frac{\sigma_{Ax} + \sigma_{Rad} + \sigma_{Tan}}{3} \quad (1.31)$$

$$\sigma_{Dev} = \sigma_{Ax} - \sigma_{Hid} \quad (1.32)$$

Ahora bien, existen diferentes métodos para obtener el valor de las componentes principales de tensión a partir de las medidas de difracción en función de la geometría y el sistema de referencia utilizado [86,87]. Entre ellos, en este trabajo se ha utilizado el denominado como el del $\sin^2 \psi$, que se describe a continuación

1.5.3. EL MÉTODO DEL $\sin^2 \psi$

En materiales policristalinos sin textura, cada familia de planos produce difracción en un ángulo θ , o ángulo de difracción, de igual intensidad alrededor del eje formado por el haz de radiación incidente. Esto da lugar a un cono de difracción.

Esta característica de la difracción en materiales policristalinos permite aplicar el método denominado del $\sin^2 \psi$, consistente en medir el valor de espaciado de una determinada familia de planos, d^{hkl} , para diferentes valores de ψ , que se define como el ángulo entre el vector de difracción \bar{q} y el eje longitudinal de la muestra en abatimiento entre dos componentes principales del sistema de referencia adoptado, según se muestra en la figura 1.7.

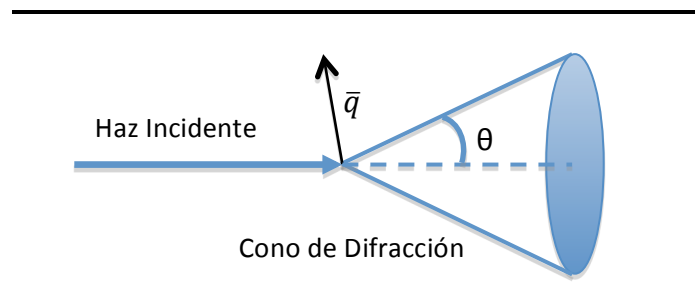


Figura 1.6 Esquema de difracción en materiales policristalinos

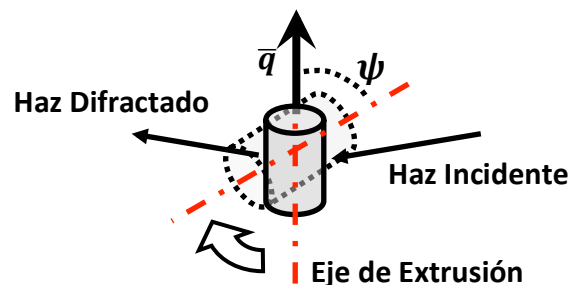


Figura 1.7 Esquema de giro en ψ entre las posiciones axial y radial

La variación de d^{hkl} con ψ , concretamente con el $\sin^2 \psi$, puede mostrar tres tipos de comportamiento en función de las características del material [103]. Como se muestra en la figura 1.8.A, el comportamiento básico de d^{hkl} frente a $\sin^2 \psi$ es aproximadamente lineal. Esto es lo que se denomina como comportamiento “regular”. Sin embargo, para valores no nulos de las tensiones de cizalla, se produce un desdoblamiento del valor de d en función de la orientación, figura 1.8.B.

Por otro lado en caso de familias de planos fuertemente texturados, la variación de d^{hkl} frente a $\sin^2 \psi$ no es lineal, y se hace impredecible, y difícil de ajustar, figura 1.8.C.

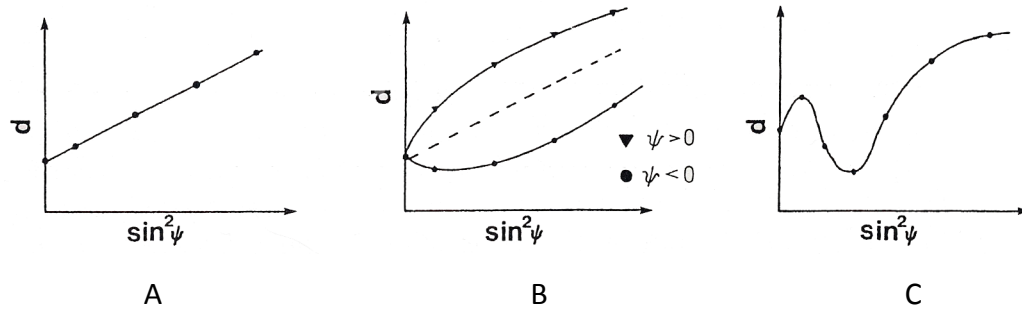


Figura 1.8 Comportamientos básicos del valor del espaciado con $\sin^2 \psi$ según [ref Noyan-Cohen]. A: Comportamiento regular. B: desdoblamiento por de tensiones de cizalla no nulas. C: Familia de planos con componente fuerte de textura.

Cuando se tiene un comportamiento regular, con el método del $\sin^2 \psi$ es posible ajustar linealmente esta variación y extrapolar con rigor los valores de d^{hkl} a $\psi=0$, y $\psi=90^\circ$, obteniendo a su vez un valor fiable del error en la medida.

En la práctica, tanto en aleaciones de aluminio como en DRMMC de aluminio, obtenidos por extrusión resulta difícil encontrar una familia de planos completamente libre de textura, por lo que, aunque la variación de d^{hkl} con el $\sin^2 \psi$, pueda no resultar del todo lineal, esta aproximación permite obtener resultados fiables con un margen de error razonable.

En la figura 1.9 se muestran, a modo de ejemplo, ajustes de d^{hkl} en diferentes experimentos realizados en este trabajo. La figura de la izquierda corresponde a las variaciones entre las direcciones axial ($\psi=0$), y radial ($\psi=90^\circ$) para diferentes estados, T4, T6 y OA de la aleación 2014Al medidos por difracción de rayos X de alta energía. En la figura de la derecha se puede observar la variación de d^{hkl} frente a $\sin^2 \psi$ a diferentes grados de deformación en la aleación 6061Al, medidas con difracción de neutrones. En ambos ejemplos, las medidas se han realizado en el centro de la sección de muestras cilíndricas.

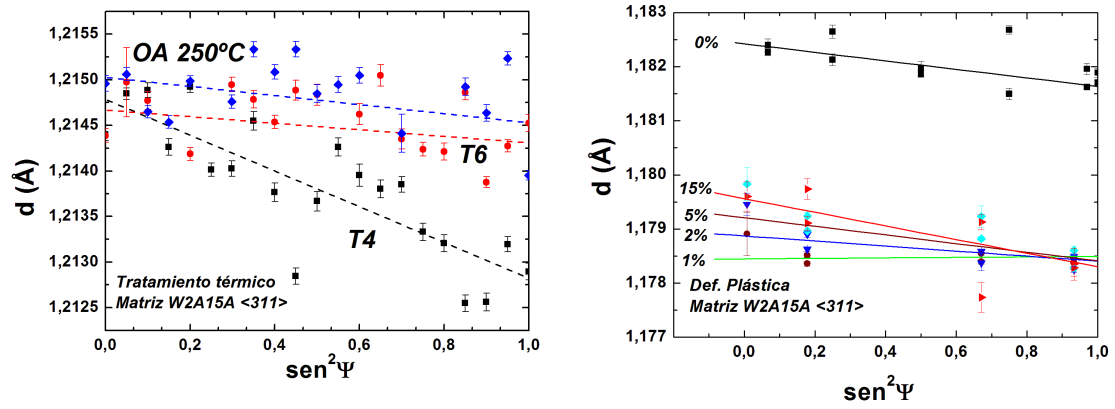


Figura 1.8 Ejemplos de ajustes de d^{hkl} frente a $\sin^2 \psi$. Izquierda, 2014Al en diferentes estados térmicos. Medida con radiación sincrotrón. Derecha: 6061Al con diferentes niveles de deformación plástica. Medida por difracción de neutrones.

CAPÍTULO 2. PARTE EXPERIMENTAL

2.1 MATERIALES

En este trabajo se han estudiado diferentes aleaciones monolíticas, y materiales compuestos, obtenidos por diferentes técnicas y con distintos materiales cerámicos como refuerzo. La tabla 2.1 recopila los materiales utilizados junto con los datos mas relevantes sobre su origen y características.

MATERIAL	DENOM.	MORFOLOGÍA REFUERZO	PROCESADO	EXTRUSION		ORIGEN
				REL.	T (°C)	
Al6061	E220	-	PULVIMET. (PM)	27:1	500	CENIM
Al6061-15 vol% SiC _(W)	E219	WHISKERS	PULVIMET. (PM)	27:1	500	CENIM
Al6061	W6A00A	-	COLADA (IM)	20:1	420	Comercial
Al6061-15 vol% Al ₂ O ₃ _(P)	W6A15A	PARTÍCULAS	COLADA (IM)	14:1	475	Comercial
Al2014	W2A00A	-	COLADA (IM)	17:1	400	Comercial
Al2014-15 vol% Al ₂ O ₃ _(P)	W2A15A	PARTICULAS	COLADA (IM)	14:1	460	Comercial

Tabla 2.1 Materiales estudiados y datos de origen.

Las técnicas de procesamiento empleadas fueron por un lado pulvimetalurgia y extrusión, que será referida ocasionalmente como “PM” (acrónimo de *Powder Metallurgy*), y por otro, colada y extrusión, referida como “IM” (acrónimo de *Ingot Metallurgy*). En la tabla 2.1 se describe el procesamiento de cada uno de los materiales, así como su origen.

Puede encontrarse Información sobre las técnicas de procesamiento utilizadas en la fabricación de los materiales en [88-91]. Los materiales denominados como W2A15A, W2A00A, W6A15A y W6A00A son materiales comerciales adquiridos directamente en forma de barra a la empresa suministradora QED Extrusion

Developments Inc. Dado que la composición exacta de las matrices no fue suministrada, se realizaron los correspondientes análisis en el laboratorio químico del CENIM para determinarla. Las muestras de compuesto y aleación de aluminio 6061 fueron analizadas por espectrometría de emisión óptica de lámpara de descarga luminiscente. En el caso del compuesto y la aleación de aluminio 2014, se produjo cierta incertidumbre en los resultados obtenidos con esta técnica que imposibilitó la identificación precisa de los materiales. La confirmación se realizó por vía húmeda: disolución ácida de la muestra, con posterior análisis por espectroscopía de absorción atómica, colorimetría y gravimetría.

Los materiales designados como E219 y E220 proceden de trabajos previos de R.Fernández quien realizó el procesado por vía pulvimetalúrgica [88] en las instalaciones del CENIM a partir de polvo comercial de aleación 6061 suministrado por Alpoco y de whiskers de SiC suministrados por Tokay. La tabla 2.3 recoge las composiciones en peso de las aleaciones.

DENOMINACION	Cu	Mg	Si	Fe	Mn	Zn	Cr	Ti
E219	0,27	0,96	0,45	0,15	0,0023		0,16	
E220								
W6A15A	0,18	1,02	0,51	0,061	0,031	0,058	0,081	≤0,01
W2A00A								
W2A15A	3,25	0,48	0,64	0,096	0,66	0,042	0,01	0,032
W2A00A								

Tabla 2.3 Composición química en peso de las matrices de Aluminio

2.2 TRATAMIENTOS TÉRMICOS

Dado que el estado de precipitación de las aleaciones de aluminio empleadas depende de la historia térmica, resulta fundamental definir de forma rigurosa los tratamientos térmicos que permitan llevar a los materiales a estados térmicos reproducibles. El objetivo es obtener estados que conduzcan a resultados comparables de los diferentes estudios realizados. Los tipos de tratamiento térmico empleados fueron:

- *Solubilización y temple* también referido como T4 [13]. Las condiciones del tratamiento de solubilización fueron 530°C durante 2 horas. El medio de temple fue agua a temperatura ambiente.
- *Recocido de envejecimiento*: empleado para inducir un estado de máximo endurecimiento (T6) por envejecimiento a partir del estado T4. La precipitación de cada material ha sido estudiada a temperaturas específicas, 146 y 175°C dependiendo del material, tabla 2.4. En el caso de los materiales de colada (W2A00A, W2A15A, W6A00A y W6A15A) se eligió la temperatura de envejecimiento utilizada industrialmente [13]. El envejecimiento de los materiales PM, E219 y E220 fue llevado a cabo en trabajos anteriores [88].

El tiempo de tratamiento se determinó mediante curvas de envejecimiento, o de evolución de la dureza macroscópica con el tiempo de recocido, a temperaturas seleccionadas para cada material. El valor de tiempo de tratamiento coincide con el que permite obtener la dureza máxima en cada caso. Los recocidos se han realizado en hornos tipo mufla, mediante baño de arena atemperado previamente y con enfriamiento al aire para garantizar la máxima reproducibilidad en el enfriamiento.

- *Recocido de relajación*: realizados como parte de la preparación de muestras para los estudios de evolución de las propiedades mecánicas y tensiones residuales, a partir del estado térmico T6, a diferentes tiempos hasta el estado sobre-envejecido (OA). Las temperaturas de los diferentes recocidos de relajación efectuados sobre cada material se recogen en la tabla 2.4. El tipo de horno, baño y enfriamiento fueron los mismos que en los recocidos de envejecimiento.

DENOMINACIÓN	ENVEJECIMIENTO		RELAJACIÓN
	T(°C)	Tpo. (h)	T(°C)
W2A00A	160	18	200 y 250
W2A15A	160	16	200 y 250
W6A00A	175	18	200 y 250
W6A15A	175	10	200 y 250
E220	146	56	190, 230 y 300
E219	146	16	190, 230 y 300

Tabla 2.4 Tratamientos de envejecimiento hasta T6

La tabla 2.5 resume los tratamientos que se realizaron para alcanzar cada uno de los estados térmicos descritos.

ESTADO TÉRMICO	SOLUBILIZACIÓN (530°C) Y TEMPLE EN AGUA	RECOCIDO DE ENVEJECIMIENTO (146-175°C)	RECOCIDO DE RELAJACIÓN (190-300°C)
T4	SI	NO	NO
T6	SI	SI	NO
OA	SI	SI	SI

Tabla 2.5 Resumen de tratamientos termicos correspondientes a cada estado térmico

2.3 CARACTERIZACIÓN MICROESTRUCTURAL

2.3.1 TÉCNICAS DE MICROSCOPÍA – ÓPTICA (OM) Y ELECTRÓNICA DE BARRIDO (SEM)

Para el estudio metalográfico y microestructural se emplearon técnicas de microscopía óptica y electrónica de barrido. Las barras de material extruidas fueron mecanizadas de forma que se permitiera la preparación de probetas metalográficas de las secciones longitudinal y transversal, de acuerdo al esquema mostrado en la figura 2.1. Dichas probetas fueron embutidas en baquelita negra para su preparación por desbaste y posterior pulido a espejo de la superficie, mediante paño, usando pasta de diamante como abrasivo.

El estudio de microscopía electrónica se llevó a cabo mediante un JEOL FEG 6500, con el que se pudo aplicar la técnica de contraste cristalográfico (por electrones retrodispersados), así como medidas de EDX, y un HITACHI S 2100. El microscopio óptico utilizado fue un OLYMPUS con cámara digital. Ambos en la figura 2.2.

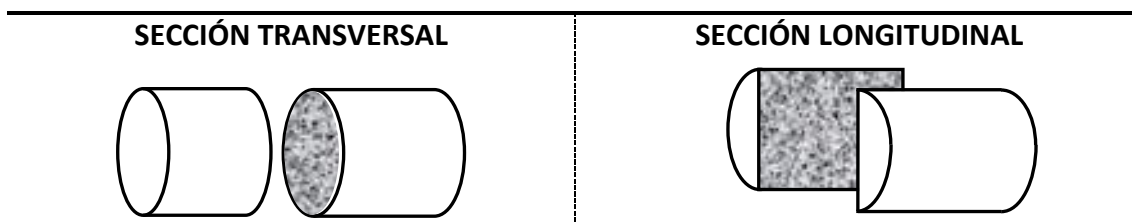


Figura 2.1 Esquema de la preparación de muestras para metalografía a partir de las barras extruidas

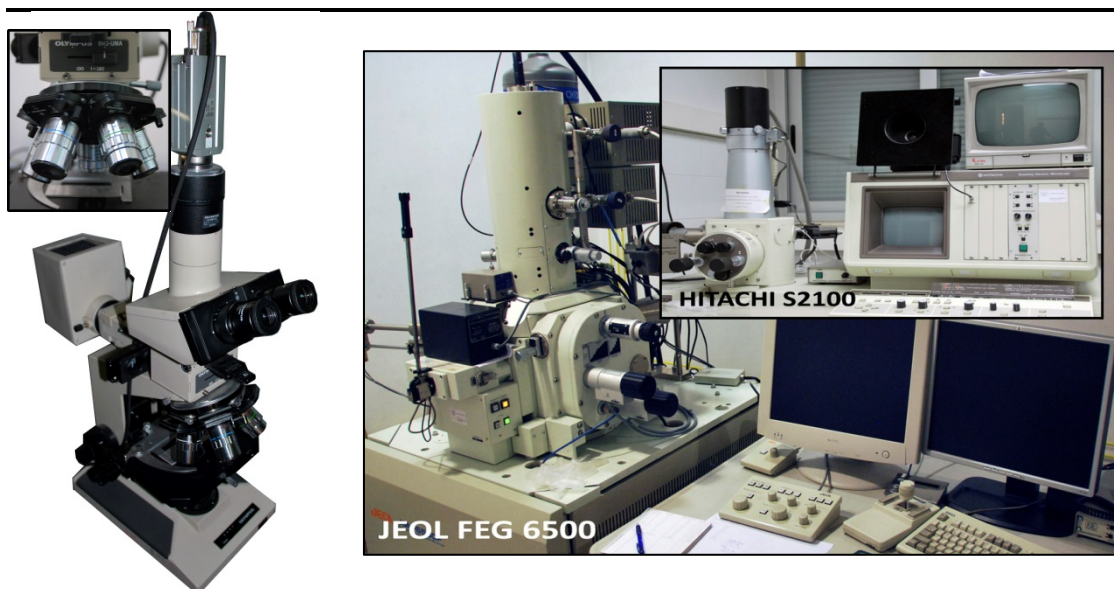


Figura 2.2 Microscopios: Óptico - OM (izquierda), Electrónicos – SEM (derecha)

MATERIAL	ESTADO TÉRMICO	REACTIVO	DESCRIPCIÓN	APLICACIÓN	TECNICA OBSERVACIÓN
E220	T6 (CENIM)	SiO ₂	-	Pulido	SEM (electrones retród.)
E219	T6 (CENIM)	SiO ₂	-	Pulido	SEM (electrones retród.)
W6A00A	De recepción – T6 (por suministrador)	SiO ₂	-	Pulido	SEM (electrones retród.)
W6A15A	De recepción – T6 (por suministrador)	Keller	2 ml HF (48%), 3 ml HCl, 5ml HNO ₃ (conc.), 190 ml 190 H ₂ O	Inmersión 10-60 s, aclarada en agua tibia, secado con aire seco	MO
W2A00A	De recepción ("as extrudado" por suministrador)	Barker	4-5 ml HBF ₄ (48%), 200 ml H ₂ O	Electrolítico: Cátodo de Al, Pb o SS. Ánodo, probeta. 40-80 s a 0.2 A/cm ² o 20 V dc).	MO (con polarizador)
W2A15A	De recepción ("as extrudado" por suministrador)	Keller	2 ml HF (48%), 3 ml HCl, 5ml HNO ₃ (conc.), 190 ml 190 H ₂ O	Inmersión 10-60 s, aclarado en agua tibia, secado con aire seco	

Tabla 2.6 Resumen de preparación de muestras para metalografía

El revelado de microestructuras requirió diferentes ataques químicos de la superficie metalográfica. La tabla 2.6 resume los estados térmicos de los materiales, los

diferentes agentes químicos y las técnicas con las cuales se han caracterizado cada uno de los materiales.

Se realizó un análisis metalográfico cuantitativo mediante software específico de análisis de imagen con el fin de obtener el tamaño grano y partícula, así como la distribución estadística de poblaciones de los mismos. Dicha distribución se ha representado en forma de histogramas de población de tamaños.

2.3.2 TEXTURA MACROSCÓPICA – DIFRACCIÓN DE RAYOS X Y NEUTRONES

La textura macroscópica de los materiales se obtuvo mediante difracción de Rayos X y difracción de Neutrones. Los resultados obtenidos por Rayos X corresponden a regiones de material próximas a la superficie de las muestras, mientras que los obtenidos por neutrones corresponden a la macrotextura de regiones más internas del material, dado su mayor poder de penetración [91]. Asimismo, corresponden a una porción de material más representativa desde un punto de vista estadístico, debido al mayor volumen de medida que esta técnica permite.

Para las medidas de textura por Difracción de Rayos X se empleó un difractómetro Siemens Kristalloflex D5000, dotado de un anillo de Euler abierto, figura 2.3.

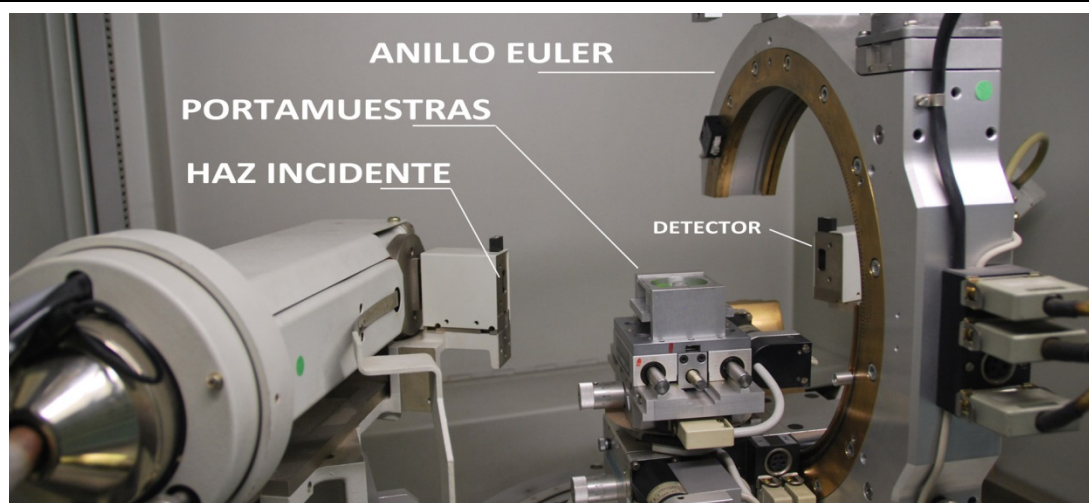


Figura 2.3 Difractómetro de Rayos X Siemens Kristalloflex D5000

Las muestras se mecanizaron a partir de las barras de material de partida con unas dimensiones de 2 x 10 x 10 mm aproximadamente. Se desbastaron y pulieron con pasta de diamante. Se utilizó el método de Schulz [92]. La radiación utilizada fue la $K\alpha$ del Cu con una longitud de onda de 1,5406 Å. Se determinaron las figuras de polos de las reflexiones 111, 200, 220 y 311 con las que se pudo construir la Función de distribución de Orientaciones (ODF), a partir de la cual se obtuvieron las figuras inversas de polos para la dirección de extrusión.

Las medidas de textura por Difracción de Neutrones se realizaron en dos instrumentos diferentes. Por un lado se realizaron medidas en el instrumento D1B, del reactor nuclear de investigación del Institut Laue Langevin (ILL), de 60 MW de potencia, en Grenoble, Francia.

D1B es un difractómetro de polvo biaxial instalado en la línea H22 del reactor, capaz de suministrar una radiación de neutrones de 1,28 Å, o bien de 2,52 Å en función del monocromador utilizado, germanio o grafito pirolítico respectivamente. Se utilizó un detector PSD (Position Sensitive Detector) tipo banana capaz de cubrir un intervalo simultáneo de 80° en 2θ , figura 2.4

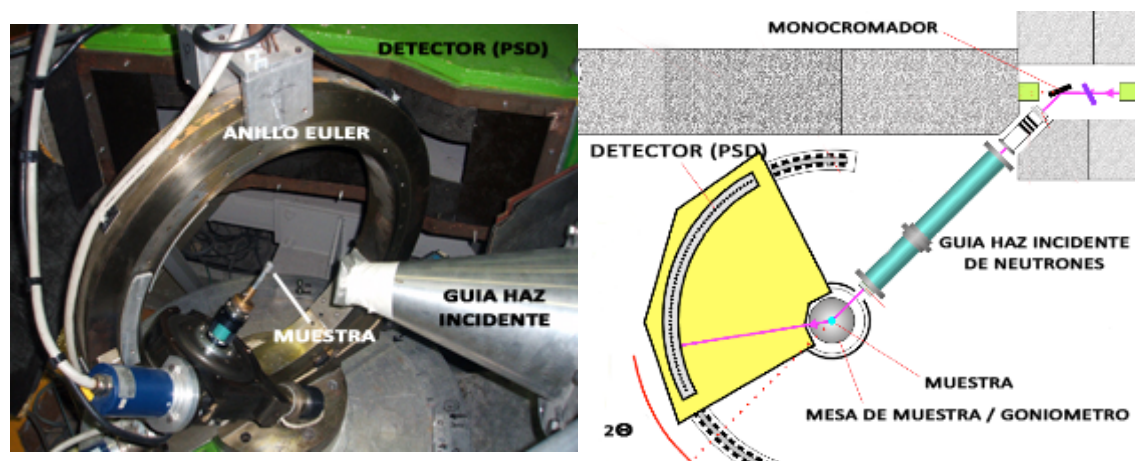


Figura 2.4 Imagen y representación esquemática de D1B.

De las dos radiaciones disponibles, la de 2,52 Å permitía una intensidad superior, aunque producía a su vez una separación de picos superior en 2θ . Dicha separación

hizo que no resultara posible medir la reflexión $\langle 311 \rangle$. Por otro lado, la radiación de $1,28 \text{ \AA}$ aunque sí permitía obtener esta reflexión, la intensidad difractada resultó muy baja. La solución a este problema fue construir la Función de Distribución de Orientaciones (ODF) a partir de las medidas de las reflexiones $\langle 111 \rangle$, $\langle 110 \rangle$ y $\langle 100 \rangle$, y extraer de ésta la $\langle 311 \rangle$. Las muestras se midieron directamente en forma de cilindros mecanizados sin preparación alguna. Se utilizó un anillo de Euler cerrado.

Por otro lado, se realizaron medidas de Difracción de Neutrones en el difractómetro SPN-100, situado en la línea de neutrones HK4 del reactor nuclear de investigación LWR-15, de 10 MW, del Neutron Physics Laboratory (NPL), Řež, República Checa, figura 2.5.

El instrumento está dotado de monocromadores curvos de Si y Ge [93]. La longitud de onda del haz de neutrones empleado en las medidas fue de $2,3 \text{ \AA}$. El SPN-100 es un instrumento para la medida de tensiones en materiales policristalinos con un detector PSD móvil de alta sensibilidad, dotado de un anillo de Euler abierto.

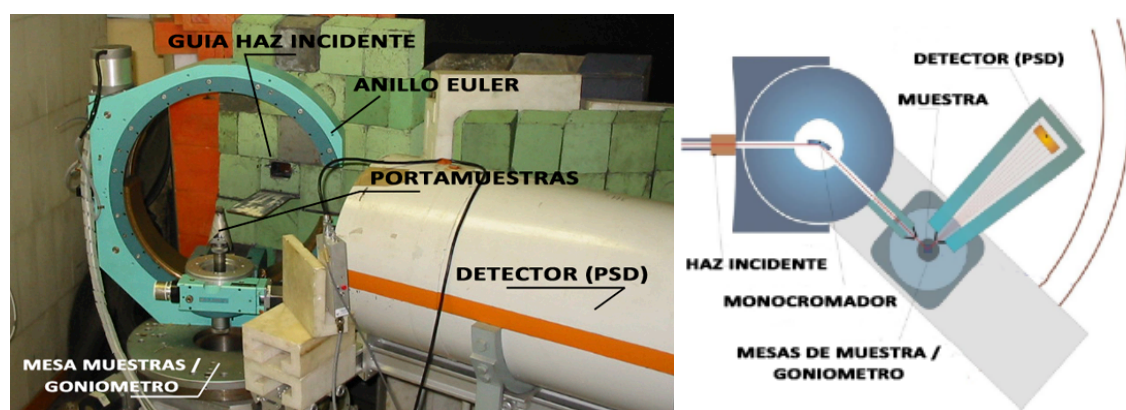


Figura 2.5 Imagen y representación esquemática del difractómetro SPN-100 de NPL.

A partir de estas medidas, y habida cuenta de que se trata de texturas de fibra con simetría axial, es posible hacer una representación uni-dimensional promediando las intensidades de los distintos ángulos acimutales β , de las figuras de polos directas en función del ángulo α de abatimiento del eje axial, figura 2.6.

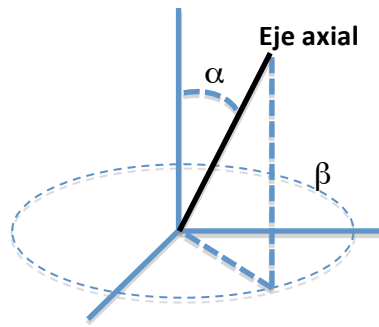


Figura 2.6 Esquema de ángulos en simetría axial.

2.4 CARACTERIZACIÓN DE PROPIEDADES

2.4.1 ENSAYOS DE DUREZA

El estudio de las curvas de envejecimiento fue realizado por medio de ensayos de dureza Vickers (VHN). Se utilizaron dos durómetros, un Matsuzawa Seiki y un Zwick 3202, Figura 2.6. Con el primero se realizaron medidas con carga de 1 Kg y con el segundo de 30 Kg.

Las muestras utilizadas fueron discos del mismo diámetro de barra del material de recepción y 10 mm de espesor, preparadas por desbaste y pulido.



Figura 2.6 Durómetros Matsuzawa Seiki (izquierda) y Zwick (derecha)

2.4.2 DILATOMETRÍA

Los coeficientes de dilatación térmica lineal se midieron por dilatometría de alta resolución en el intervalo de temperatura comprendido entre temperatura ambiente y 500°C, a una velocidad de 0,3 °C/s. Las dimensiones de las probetas dilatométricas utilizadas fueron de 12 x 2 x 2 mm. Se utilizaron dos equipos diferentes, ambos Adamel Lhomargy.

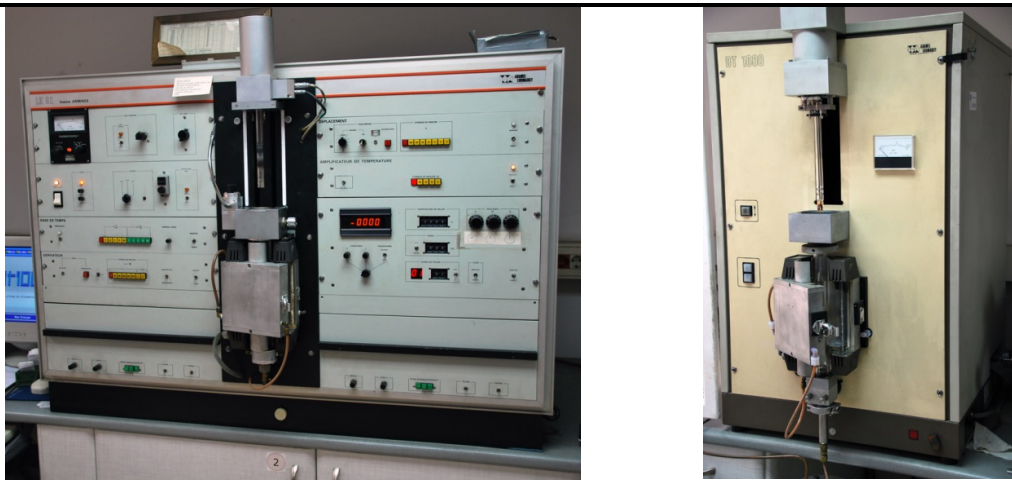


Figura 2.7 Dilatómetros empleados en la medida de CTE. LK02 (izquierda), DT1000 (derecha)

Por un lado el LK02, a la izquierda en la figura 2.7, en el que se realizaron tres ensayos de cada probeta. Por otro, en el DT1000, derecha en la figura 2.7, se realizó una cuarta medida para comparación de las anteriores. Las probetas se sometieron a ciclos térmicos de calentamiento y enfriamiento en el intervalo de temperatura mencionado a una velocidad constante de 0,3°C/s. Estos valores finales indicados corresponden a la media aritmética de valores discretos obtenidos en los ensayos realizados para cada material.

2.4.3 ENSAYOS DE TRACCIÓN Y COMPRESIÓN

El comportamiento mecánico de todos los materiales se caracterizó mediante ensayos de tracción y compresión uniaxiales. Se utilizó una máquina de ensayos Servosis clase 1, con una celda de carga de 100 kN, figura 2.7.

Las muestras utilizadas en ensayos de compresión fueron cilindros de 13 mm de longitud por 6,5 mm de diámetro. Para los ensayos de tracción se utilizaron muestras de tracción de 10 mm de longitud de trabajo (45 mm de longitud total, incluyendo los extremos roscados y el radio de acuerdo) y 3 mm de diámetro en esa zona, figura 2.7. Las probetas se mecanizaron de las barras extruidas, con la dirección de ensayo paralela a la dirección de extrusión.



Figura 2.7 Máquina de ensayos universal en configuración de compresión (arriba), detalle de probetas tracción y compresión (abajo-izquierda), detalle platos de compresión (abajo-centro), detalle utillaje de tracción (abajo-derecha).

De los ensayos de tracción-compresión uniaxial se obtuvieron los valores nominales de tensión y deformación, a partir de los cuales, se calcularon los valores reales [99,

100]. Se descartó aportación debida a la rigidez del sistema (utillaje y máquina), eliminando la parte elástica de la curva.

Esto se realizó mediante una transformación de ejes, considerando la parte elástica (recta) como el nuevo eje de coordenadas. Para cada valor de tensión real se puede obtener entonces el valor de deformación plástica real como,

$$\varepsilon^{plast} = \varepsilon - \frac{\sigma - A}{B} \quad (2.1)$$

Donde A y B son respectivamente el término independiente y la pendiente, obtenidos por ajuste de los valores experimentales a la ecuación de recta que describe el tramo elástico de la curva de tensión-deformación real. Y donde σ y ε representan la tensión y deformación real, respectivamente.

A partir de las curvas de tensión real – deformación plástica real, se obtuvieron el límite elástico y el coeficiente de endurecimiento. El valor de límite elástico adoptado fue el valor de tensión real a una deformación plástica real de 0,002. El exponente de endurecimiento, N , se obtuvo por ajuste de los valores experimentales a la ecuación potencial que describe la curva de tensión-deformación plástica real [99].

$$\sigma = K \cdot \varepsilon^N \quad (2.2)$$

Donde N varía desde 0 (sólido plástico perfecto), hasta 1, (sólido elástico). En la mayoría de los metales en realidad, N adquiere valores entre 0,10 y 0,5.

Los ensayos se realizaron con tres objetivos bien diferenciados:

- Establecer la caracterización mecánica de los materiales. Para ello, las muestras se ensayaron en tracción y compresión en estado de máximo endurecimiento por precipitación (T6).

- Conocer la evolución del límite elástico con tratamientos de recocido. Se realizaron ensayos de compresión a temperatura ambiente tras tiempos acumulados de tratamiento térmico de recocido a las temperaturas indicadas en la tabla 2.4.
- Pre-ensayo de muestras para determinación posterior de la evolución de tensiones residuales con la deformación plástica. Para ello, Se prepararon dos juegos de muestras, uno de tracción y otro de compresión. Se llevaron al estado T6 en las condiciones descritas en la tabla 2.4. A cada muestra se le aplicó un nivel de deformación plástica determinado, de modo incremental. Por último se determinó el estado de tensiones residuales en el centro de todas las muestras.

2.5 CARACTERIZACIÓN DEL ESTADO DE TENSIONES RESIDUALES

2.5.1 DIFRACCIÓN DE NEUTRONES

La determinación de tensiones residuales por difracción de neutrones se ha efectuado mediante medidas en el difractómetro D1A del reactor nuclear de investigación del Institut Laue Langevin, ILL, Grenoble, Francia, figura 2.8. Este instrumento, en la actualidad desmantelado, compartía la línea de neutrones térmicos H22 del reactor de ILL, con el instrumento D1B, descrito en el punto 2.2.2.

En este instrumento se realizaron medidas de tensiones residuales en muestras de los materiales E220 y E219 para dos estudios:

- El proceso de relajación de tensiones con el tratamiento térmico: tras periodos de tiempo acumulativos de tratamiento térmico de recocido a 190° y 230°C, a partir del estado térmico T6 obtenido en las condiciones descritas en la tabla 2.4.
- El proceso de relajación de tensiones residuales con la deformación plástica: se realizaron medidas en muestras en T6 a diferentes niveles de deformación.

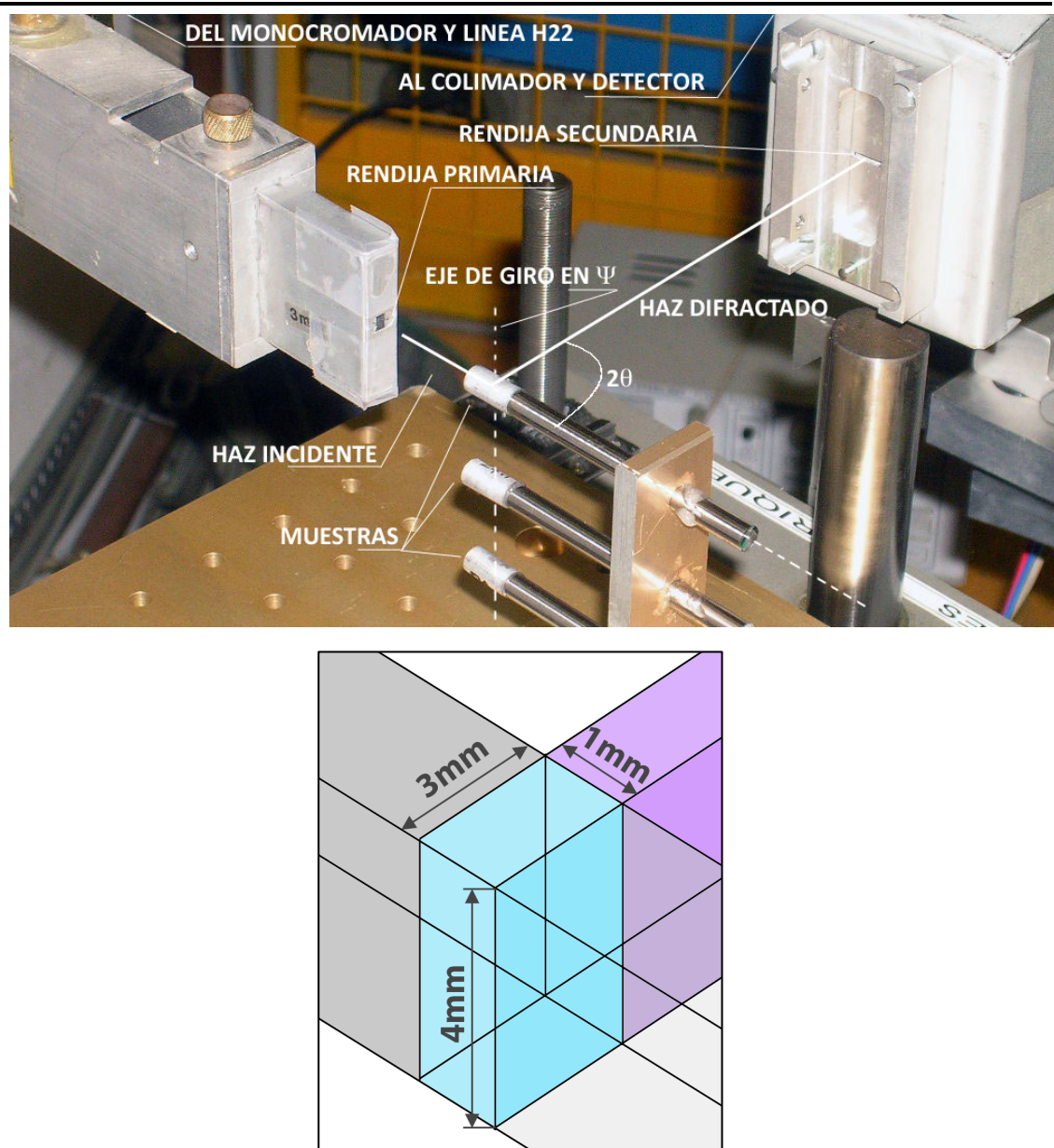


Figura 2.8 Imagen de la configuración experimental en D1A y representación esquemática del volumen de medida, en gris el haz incidente, en azul el volumen, en morado el haz difractado.

Las muestras en ambos estudios fueron cilíndricas, de 6,5 mm de diámetro y 13 mm de longitud. Las medidas fueron realizadas con la radiación de $1,91 \text{ \AA}$, suministrada por difracción en su monocromador de Germanio del haz proveniente del núcleo del reactor. Se utilizó la técnica del $\sin^2\psi$, con difracción en el plano horizontal, y rotación de las muestras en el mismo plano alrededor del eje vertical, figura 2.8. Las dimensiones del haz incidente se seleccionaron por medio de una rendija primaria cuyas dimensiones fueron ajustadas a 3 mm de ancho por 4 mm de alto. Las

dimensiones del haz difractado se delimitaron por medio de un colimador radial con rendija de 1.2 mm de ancho. El volumen de medida resultante fue por tanto de $3 \times 4 \times 1 \text{ mm}^3$.

El polvo de referencia, utilizado para la determinación del espaciado reticular de referencia, d_0 , fue confinado en contenedores cilíndricos fabricados en Vanadio, transparente a la radiación de neutrones. De esta forma se busca evitar una posible interferencia procedente del contenedor.

2.5.2 DIFRACCIÓN DE RADIACIÓN SINCROTRÓN POR HAZ MONOCROMÁTICO

La medida de tensiones residuales por difracción de radiación de sincrotrón, haz de rayos X de alta energía, fue llevada a cabo en la línea ID31 del ESRF (European Synchrotron Radiation Facility), en Grenoble, Francia, Figura 2.9.

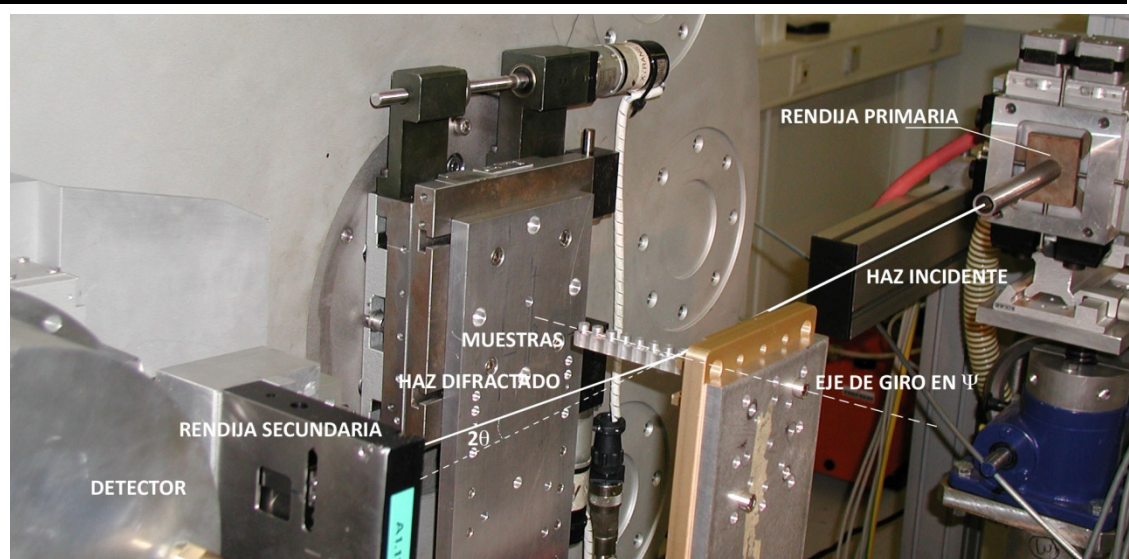


Figura 2.9 Imagen del montaje experimental de ID31

Las muestras empleadas fueron cilindros de 6,5 mm y 13 mm de longitud montadas en un portamuestras fabricado en polimetacrilato de metilo (PMMA) para minimizar la absorción de radiación. Se empleó la técnica del $\sin^2\psi$. A diferencia de D1A, el montaje experimental comprende el haz incidente y el difractado en el plano vertical, y por tanto, los giros en ψ son realizados también en el plano vertical (eje de giro horizontal), figura 2.9. La energía del haz monocromático empleado fue de 60

keV, longitud de onda de 0.207 \AA . A este valor de λ , el ángulo de Bragg 2θ de la reflexión 311 corresponde a $9,7^\circ$ y $9,05^\circ$ en las fases Al y SiC, respectivamente.

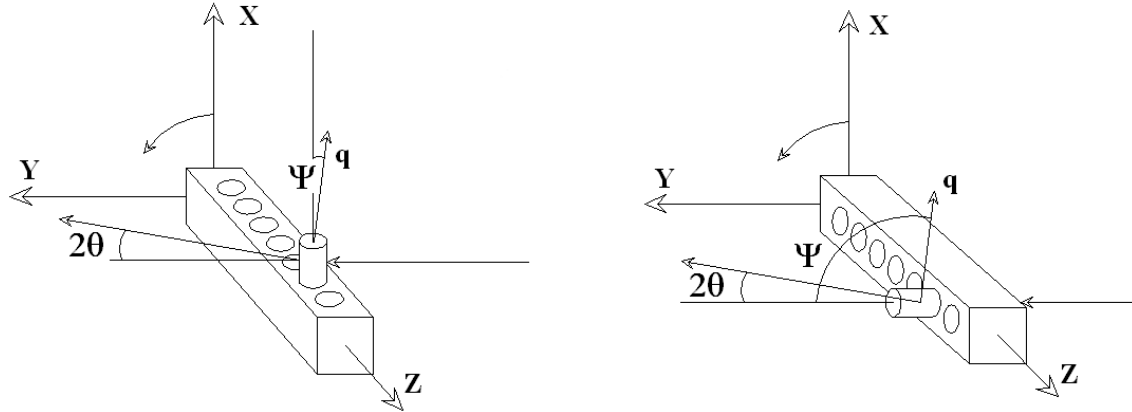


Figura 2.10 Esquema de los montajes horizontal y vertical en ID31. X, Y y Z son los ejes de coordenadas, 2θ es el ángulo de difracción de los picos, q es el vector de dispersión y ψ es el ángulo entre el eje axial de las muestras y el vector de dispersión

Debido a que el intervalo de giro de la mesa de rotación no era suficientemente amplio como para abarcar todo el intervalo de rotación en ψ , hubo que recurrir a dos montajes, girados 90° entre sí, figura 2.10.

Las dimensiones del haz incidente seleccionadas mediante la rendija primaria fueron 80μ de alto y 500μ de ancho. El volumen de medida resultante es un prisma romboidal con diagonales de dimensiones $0,08$ y $0,94 \text{ mm}$, y anchura de $0,5 \text{ mm}$. Más adelante (cap. 5) se demuestra gráficamente, que el 50% de la diagonal mayor corresponde al 75% del volumen de la intensidad difractada, por lo que se puede asumir que la resolución espacial efectiva en la sección transversal es de 500μ , a pesar de que la diagonal mayor del volumen se correspondería con una resolución mucho peor. En la práctica, en la aleación E220 se realizaron 13 medidas a lo largo del diámetro incluido el centro, con una separación de $0,49 \text{ mm}$ entre sí, y una distancia de $0,3 \text{ mm}$ entre la última medida y la superficie de la muestra. En el material compuesto E219, se realizaron 11 medidas, a intervalos de $0,59 \text{ mm}$.

Gracias a la elevada resolución espacial proporcionada por este instrumento fue posible obtener de la distribución de tensión residual triaxial a lo largo del diámetro

de la sección transversal de las muestras de los materiales pulvimetalúrgicos, E220 y E219, en tres estados térmicos diferentes, T4, T6 y OA, ver sección 2.3.

2.5.3 DIFRACCIÓN DE RADIACION SINCROTRON EN MODO DE DISPERSIÓN DE ENERGÍA

Las medidas para la determinación de tensiones residuales por difracción de radiación sincrotrón en modo de dispersión de energía se efectuaron en la línea EDDI, en el sincrotrón BESSY del Helmholtz Center, en Berlín, figura 2.11.

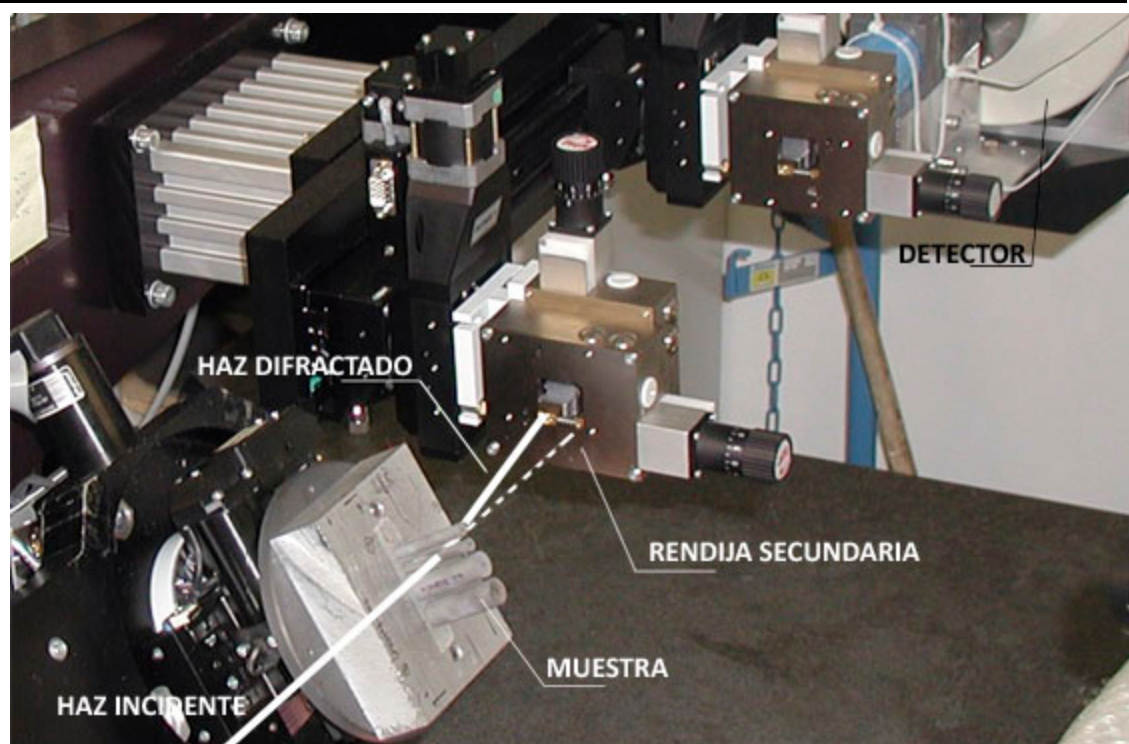


Figura 2.11 Imagen del montaje experimental de EDDI

La radiación empleada consistió en un haz policromático de rayos X de energías comprendidas en el intervalo de 10 a 150 keV. Se empleó un detector puntual sensible a energía, capaz de detectar simultáneamente la energía de todos los picos de difracción a un valor de 2θ dado. Se obtienen de forma simultánea los picos de difracción correspondientes a reflexiones de Bragg de distintas familias de planos, hkl. En este instrumento, al igual que el anterior, el plano de difracción también es vertical.

El ángulo de difracción 2θ fue seleccionado a 6° . Las dimensiones del haz incidente fueron definidas mediante un rendija primaria de $100\ \mu$ de alto y 1 mm de ancho. El haz difractado fue definido por una rendija secundaria de $30\ \mu$ de alto. En este instrumento se llevó a cabo la determinación de tensiones residuales para tres estudios diferenciados:

- Distribución del estado triaxial de tensiones residuales a lo largo del radio de una sección transversal de muestras cilíndricas de los materiales de colada W2A00A, W2A15A, W6A00A, y W6A15A, en los estados térmicos T4, T6, y OA. Se emplearon las muestras cilíndricas de 13 mm de diámetro y 26 de longitud, sobre las que se pudieron realizar 6 medidas en el radio con una separación de 1,1 mm entre ellas.
- Evolución del nivel de tensiones residuales con grados incrementales de deformación plástica mediante ensayos de tracción ex situ.
- Comparación de los estados de tensión residual triaxial en el estado T4 en función del tamaño de muestra. Se emplearon muestras cilíndricas de dos diámetros diferentes 6,5 mm y 13 mm, ambas con una longitud de 40 mm. Se realizaron medias en el diámetro cada 1,25 mm.

- PARTE II: RESULTADOS -

CAPÍTULO 3. RESULTADOS - CARACTERIZACIÓN DE MATERIALES Y PROPIEDADES

3.1 MICROESTRUCTURA

ALEACIONES MONOLÍTICAS

En la figura 3.1 se muestran las micrografías correspondientes a la microestructura de las aleaciones 6061Al pulvimetalúrgica (E220), 6061Al de colada (W6A00A), 2014Al de colada (W2A00A).

La aleación pulvimetalúrgica, E220 presenta en su sección transversal, una microestructura de granos de tamaño fino (4μ) y uniforme, con geometría equiaxial, y en la longitudinal, microestructura de granos alargados en la dirección de extrusión. Además, se observan poros alargados en la dirección axial, a consecuencia del proceso de extrusión. En la sección transversal de la aleación E220 se aprecia una dispersión de partículas, de color blanco en la imagen de la figura 3.1 cuyo análisis semicuantitativo, permite atribuirlos a restos de sílice (SiO_2), procedentes de un excesivo pulido de la probeta metalográfica. Dicha sobreexposición fue necesaria para revelar con suficiente nitidez la estructura de grano en esta sección.

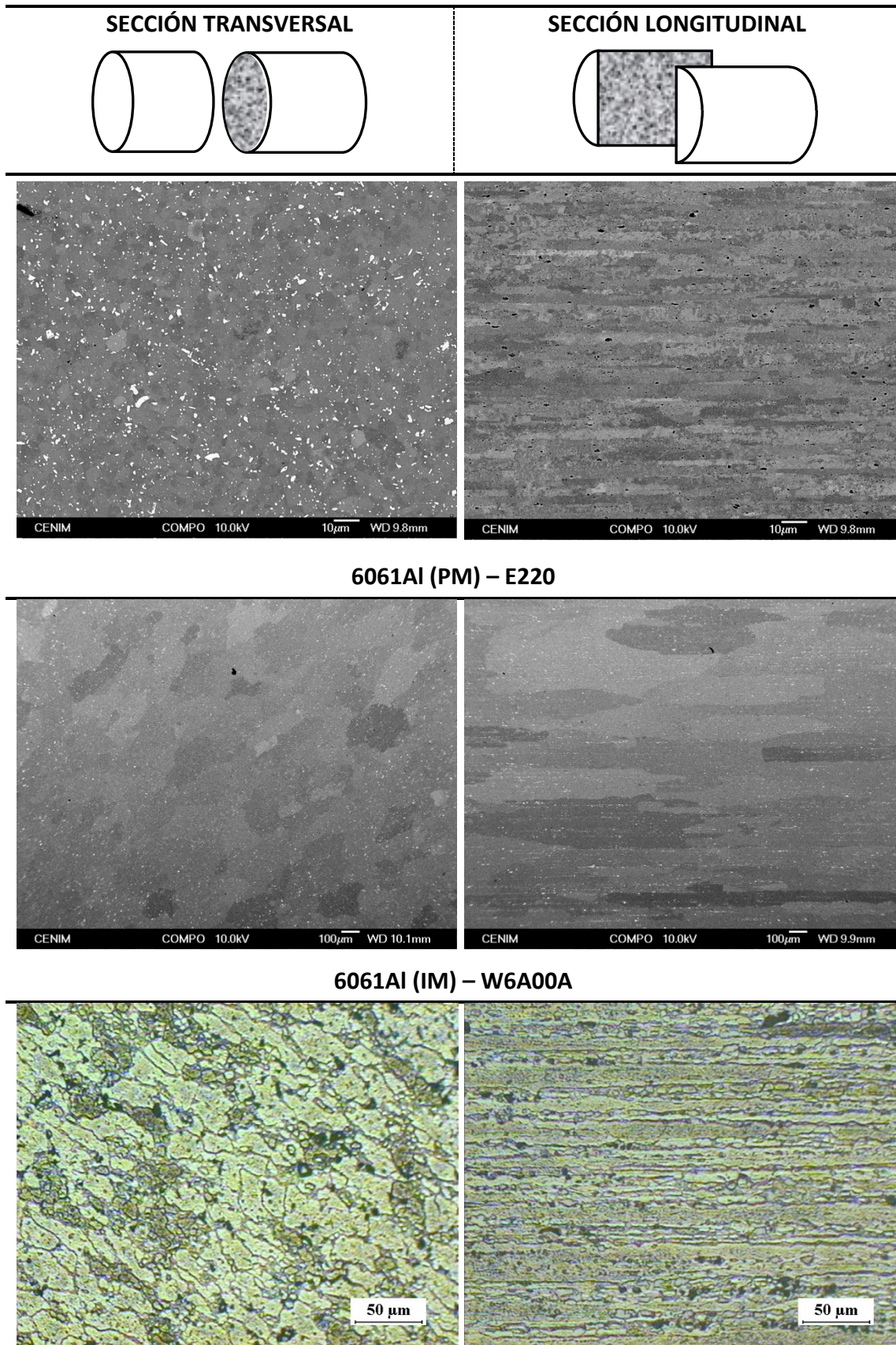


Figura 3.1 Microestructura de las aleaciones monolíticas.

La aleación 6061 de colada, W6A00A, presentó una estructura de grano de tamaño muy heterogéneo y extraordinariamente grande ($132\ \mu$), inusual en aleaciones de aluminio procesadas por extrusión [94]. La geometría de granos es aproximadamente equiaxial en la sección transversal. En la longitudinal se observan bandas paralelas a la dirección de extrusión intercaladas con granos grandes y alargados en esta misma dirección.

Se observó también una dispersión de partículas homogénea en la sección transversal, y alineadas paralelamente al eje de extrusión en la longitudinal. En la figura 3.2 se muestra un detalle de estas partículas a mayor magnificación. Por su análisis semicuantitativo, se atribuyen a precipitados de Mg_2Si .

Además de los precipitados, se observa una gran cantidad de poros, en ambas secciones, de forma alargada en la sección longitudinal.

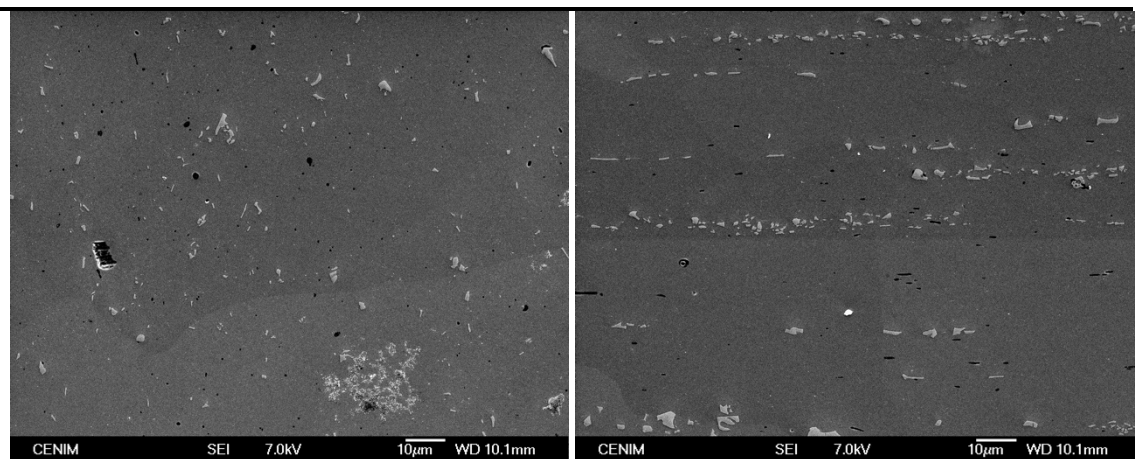


Figura 3.2 Detalle a mayor magnificación de W6A00A.

La aleación de Aluminio 2014 de colada, W2A00A, muestra, en su sección transversal, una distribución de tamaños de grano de apariencia bimodal, esto es, regiones de pequeños granos equiaxiales separadas por granos más grandes. El tamaño medio de grano es $24\ \mu$. En la sección longitudinal se observan bandas, intercaladas con regiones de granos más pequeños, deformados y alineados en la dirección de extrusión. En la figura 3.3 se recogen las distribuciones de tamaños de grano encontrados en las aleaciones.

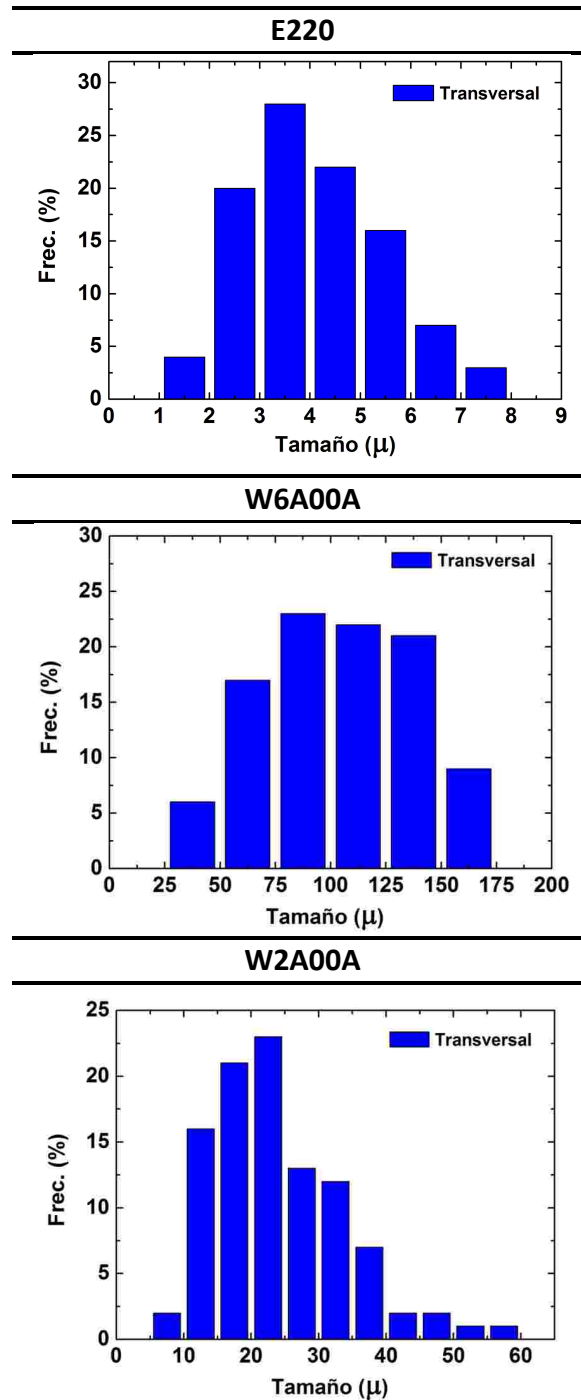
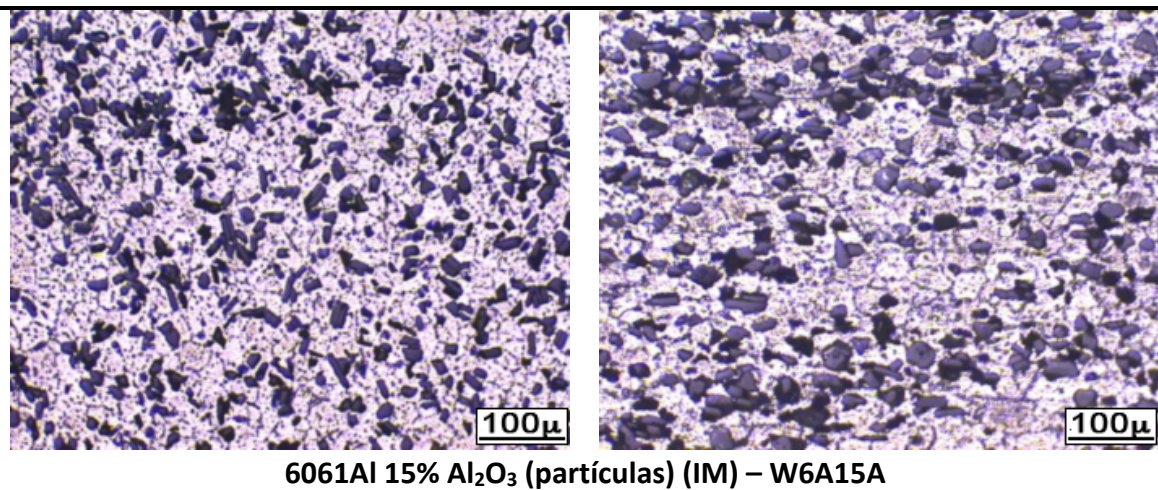
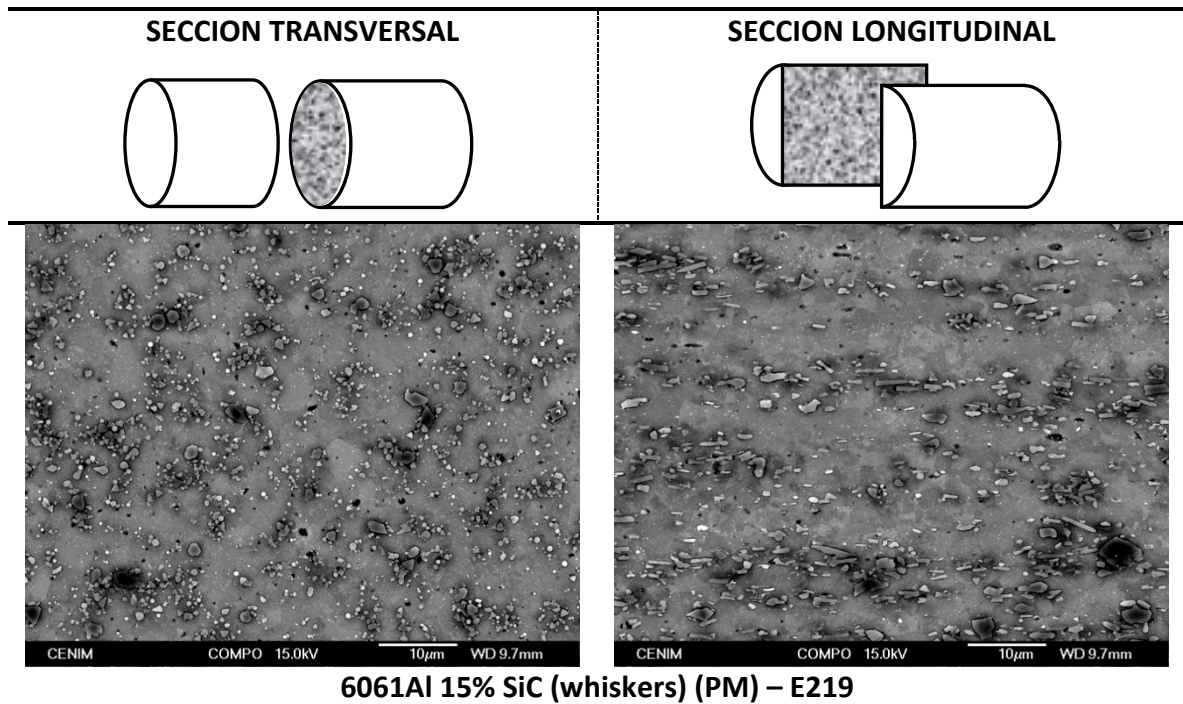


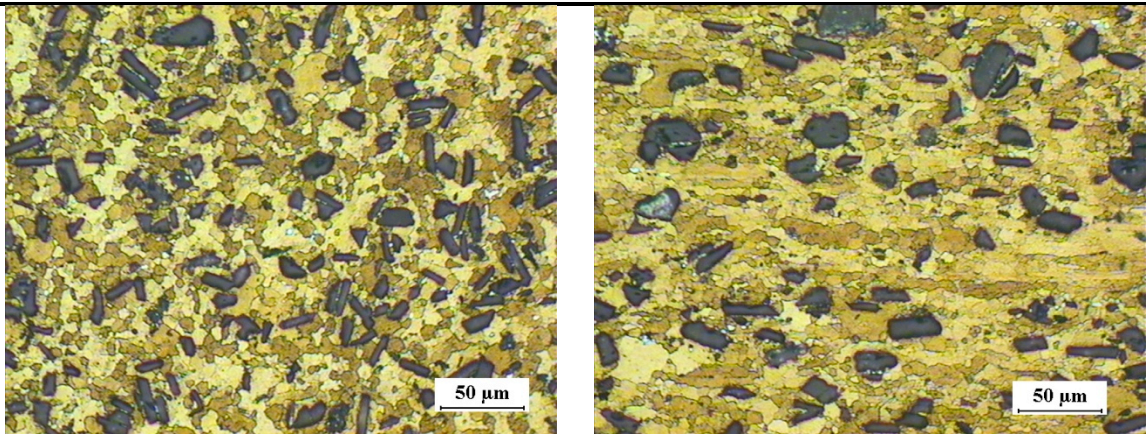
Figura 3.3 Distribución de tamaños de grano de las aleaciones en la sección transversal

En E220 el tamaño es bastante homogéneo con un máximo de población entre 3 y 4 μ . En W6A00A los tamaños son muy heterogéneos. Se encuentran poblaciones significativas desde 75 a 150 μ . En W2A00A la población principal está en torno a 20 μ . Sin embargo, hay una población no despreciable de granos en torno a 30 μ .

LOS MATERIALES COMPUESTOS

En la figura 3.4 se presenta la microestructura de todos los materiales compuestos estudiados.





2014Al 15% Al₂O₃ (partículas) (IM) – W2A15A

Figura 3.4 Microestructura de los materiales compuestos

El material compuesto E219, 6061 reforzado con whiskers de SiC al 15%, procesado por vía pulvimetalúrgica, presenta una microestructura de granos de morfología equiaxial en la sección transversal. El tamaño medio de grano en esta sección es 2,5 μ , significativamente menor que el de la aleación sin reforzar. La distribución de los whiskers de refuerzo, de 1 μ en esta sección, no es homogénea, sino que aparecen agrupaciones de partículas o clústeres de tamaño variable, lo que sugiere cierto grado de fragmentación durante la extrusión. En la sección longitudinal, si bien la estructura de grano no se revela tan nítidamente como en la sección transversal, su apariencia es ligeramente alargada en la dirección de extrusión, con un tamaño medio de 5,2 μ en dicha dirección. El refuerzo se dispone alineado en esta misma dirección, dando lugar a regiones similares a “vetas” de refuerzo. La longitud de los whiskers de refuerzo fue de 2,6 μ .

La microestructura del compuesto W6A15A, 6061 reforzado con partículas de Al₂O₃, procesado por colada, es muy similar a la del compuesto anterior, salvo que en este caso, tanto el tamaño de grano de la matriz, como el tamaño de las partículas de refuerzo es significativamente mayor: 17 x 40 μ de tamaño de grano transversal y longitudinal respectivamente, y 16 μ el refuerzo.

En el caso de W2A15A, las imágenes se obtuvieron por OM a 200 aumentos. La microestructura sigue un patrón similar a los compuestos anteriores, -granos

equiaxiales en la sección transversal, y ligero alargamiento en la longitudinal, en la dirección de extrusión-. Los tamaños de grano y de partícula de refuerzo son inferiores a los de W6A15A, granos de $12 \times 18 \mu$ (transversal y longitudinal respectivamente), y partículas de tamaño medio 12μ .

En ninguno de los tres compuestos se da la estructura de bandas de extrusión observada en la sección longitudinal de las aleaciones sin reforzar.

En los materiales IM reforzados con partículas, también se observa cierta tendencia a la distribución en clústeres de refuerzo a lo largo de la sección transversal de ambos compuestos. En la sección longitudinal persiste la tendencia al alineamiento en la dirección de extrusión, alternando “vetas” de alta y baja concentración de refuerzo.

En ambos casos se observa cierta fragmentación de algunas partículas de refuerzo, tal como se muestra en la figura 3.5

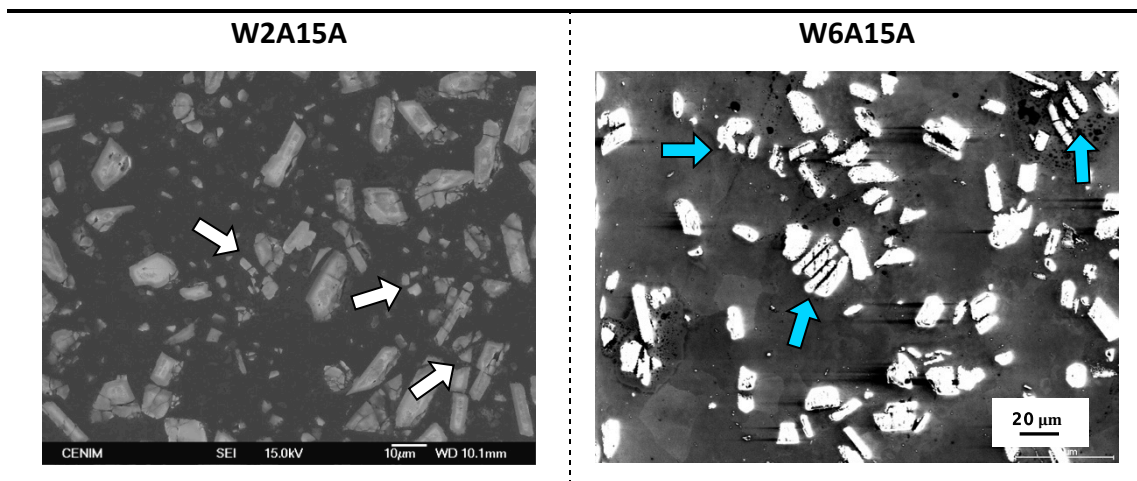


Figura 3.5 Detalle de la Microestructura de los materiales compuestos IM reforzados con partículas.

En la figura 3.6 se representan las distribuciones de tamaño de grano de los materiales compuestos. La población en la sección transversal es más homogénea que la de las aleaciones, con valores de tamaño sensiblemente menores.

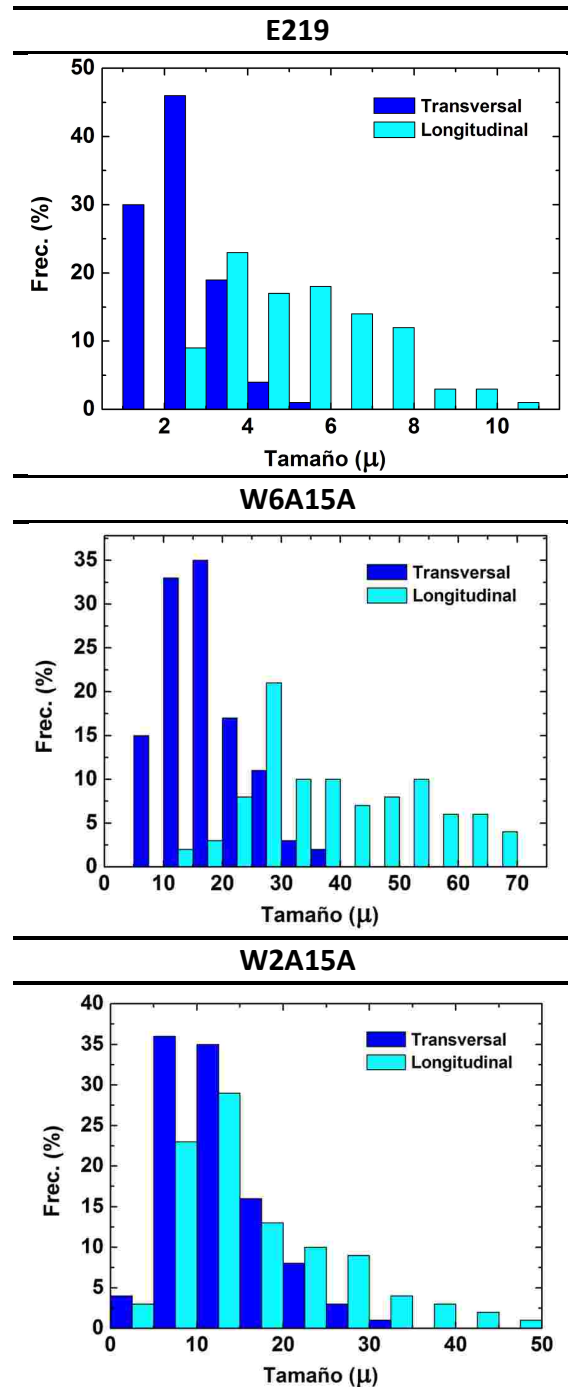


Figura 3.6 Distribución de tamaños de grano de los materiales compuestos en ambas secciones, transversal y longitudinal.

Este menor tamaño de grano sugiere la posibilidad de que durante la extrusión pueda tener lugar algún proceso de recristalización favorecido por la presencia de las partículas de refuerzo. En concreto, se atribuye este efecto al fenómeno de nucleación estimulada por partículas (PSN), por la alta energía liberada en regiones

adyacentes a las partículas de refuerzo durante la extrusión de materiales compuestos, con crecimiento de grano en la dirección de extrusión.

A modo de recapitulación y para visualizar de forma comparativa las diferencias en tamaño de grano entre aleaciones y materiales, compuestos, en la tabla 3.1 se recogen los valores medios de todos los materiales, así como los tamaños de partícula de refuerzo de los materiales compuestos.

Material	Partículas Al_2O_3	Granos	
		Transv.	Long.
W2A00A	-	24 ± 10	bandas
W2A15A	12 ± 6	12 ± 6	18 ± 12
W6A00A	-	132 ± 66	bandas
W6A15A	16 ± 5	17 ± 6	40 ± 16

Material	Whiskers SiC		Granos	
	Transv.	Long.	Transv.	Long.
E220	-	-	$4 \pm 1,4$	bandas
E219	$1 \pm 0,4$	$2,6 \pm 1,1$	$2,5 \pm 0,8$	$5,2 \pm 1,9$

Tabla 3.1 Tamaños de Grano y de partícula. En todos los casos las unidades son micras.

Por otro lado, en la figura 3.7 se representan los histogramas de tamaño de partícula de refuerzo (SiC y Al_2O_3).

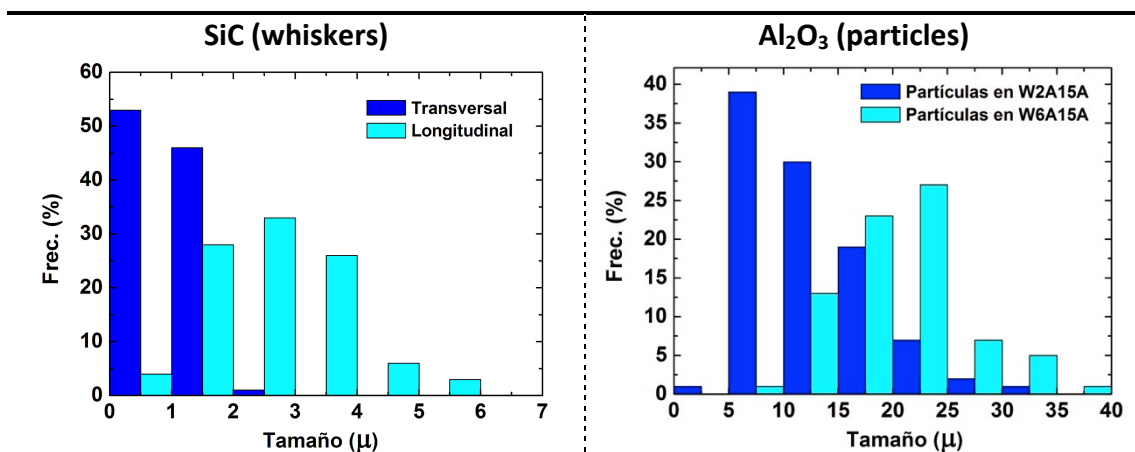


Figura 3.7 Distribución de tamaños de partículas de refuerzo de los materiales compuestos, whiskers de SiC (izquierda), partículas de alúmina (derecha)

Se aprecian las marcadas diferencias de tamaño y morfología entre whiskers y partículas. Resulta destacable la diferencia encontrada en el tamaño de partícula de

alúmina entre los compuestos de colada, siendo el mismo refuerzo de partida. En el caso de W6A15A se observa un tamaño de partícula mayor que en W2A15A, es decir, el grado de fraccionamiento ocurrido en este último es mayor. Esto se asocia, como se discutirá más adelante a las diferencias en las propiedades mecánicas de la matriz de uno y otro compuesto.

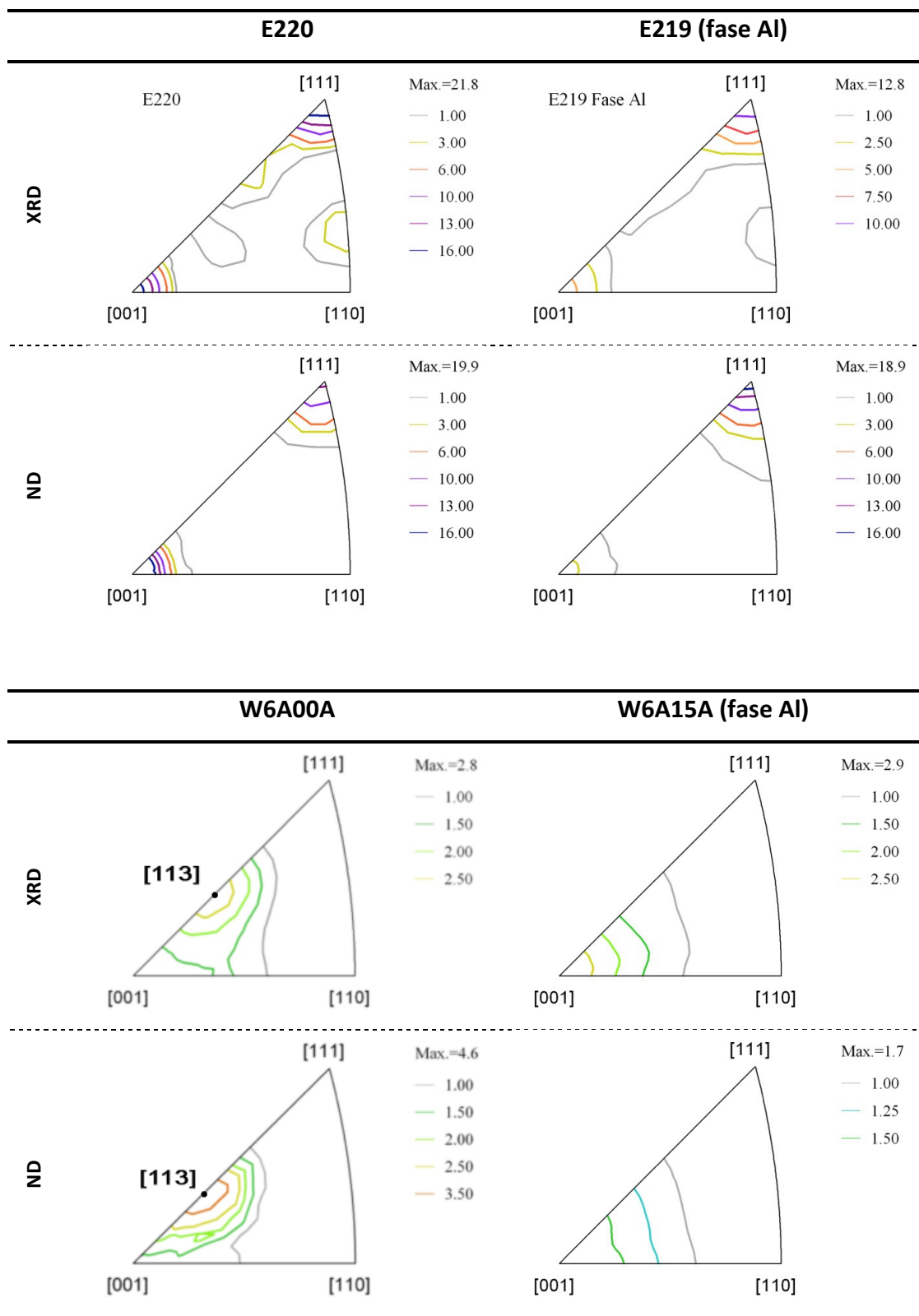
3.2 TEXTURA

En la figura 3.8 se recopilan los resultados de textura en las aleaciones (izquierda) y los materiales compuestos (derecha). Dichos resultados se muestran como figuras inversas de polos para la dirección de extrusión del material.

Los resultados obtenidos difracción de rayos X de laboratorio y por difracción de neutrones son muy consistentes entre sí. En todos los casos, excepto en W6A00A, se han obtenido texturas de fibra típicas de las aleaciones de aluminio extruidas [95], en las que las componentes principales son $\langle 111 \rangle$ y $\langle 001 \rangle$. Sin embargo, las intensidades observadas en los materiales pulvimetálgicos resultan muy superiores a las de los de colada. En todos los casos, los materiales compuestos presentan una textura también de fibra pero con valores de intensidad menores que en el caso de las correspondientes aleaciones monolíticas. El compuesto W6A15A presenta una única dirección predominante $\langle 001 \rangle$ de baja intensidad. En la tabla 3.2 se resumen las componentes de textura e intensidades encontradas para cada material.

Material	Textura	
	Comp.	I max. (RX)
W2A00A	$\langle 111 \rangle + \langle 001 \rangle$	12,7
W2A15A	$\langle 111 \rangle + \langle 001 \rangle$	1,7
W6A00A	$\langle 311 \rangle$	2,9
W6A15A	$\langle 001 \rangle$	2,8
E220	$\langle 111 \rangle + \langle 001 \rangle$	21,8
E219	$\langle 111 \rangle + \langle 001 \rangle$	12,8

Tabla 3.2 Resultados de componentes principales de textura e intensidades de difracción



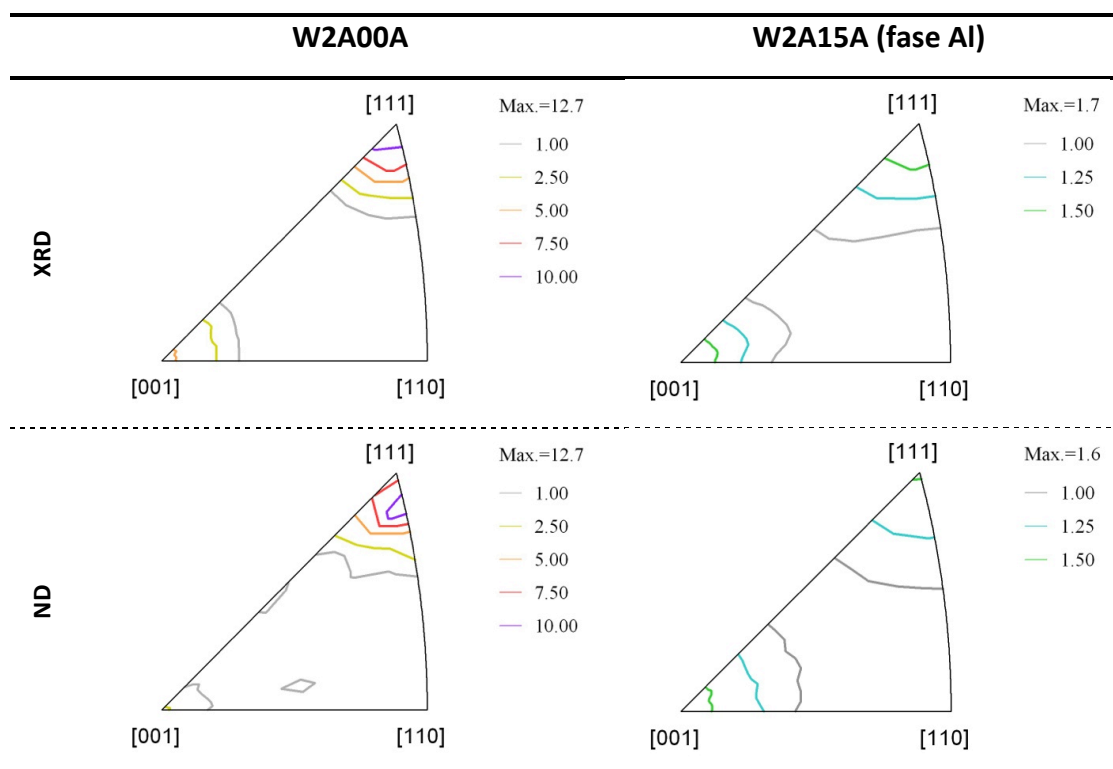


Figura 3.8 Figuras inversas de polos de textura macroscópica en la dirección de extrusión, aleaciones monolíticas (izquierda), materiales compuestos (derecha). Para cada combinación aleación – material compuesto, se muestran los resultados de difracción de rayos X (arriba) y difracción de neutrones (abajo)

En la figura 3.9 se muestran las proyecciones unidimensionales de las figuras de polos directas en las direcciones cristalográficas $\langle 111 \rangle$, $\langle 100 \rangle$ y $\langle 311 \rangle$ para las combinaciones de materiales E220-E219 y W2A00A-W2A15A.

Las dos primeras direcciones $\langle 111 \rangle$ y $\langle 100 \rangle$, tienen interés para la caracterización de la fuerte textura de fibra estos materiales. La $\langle 311 \rangle$ también se ha representado por su utilidad en la determinación de tensiones residuales por técnicas de difracción. En todos los casos, en las direcciones $\langle 111 \rangle$ y $\langle 011 \rangle$ se obtienen los máximos de difracción a valores de ángulo bajos, que ponen de manifiesto, la marcada componente de fibra presente en general estos materiales. La menor intensidad de los materiales compuestos refuerza la idea de la influencia de procesos del PSN por la presencia de refuerzo, que produciría la nucleación y crecimiento de granos sin orientación cristalográfica preferente durante el proceso de extrusión. Estos resultados están en buen acuerdo con las diferencias de microestructura observadas entre ambos materiales.

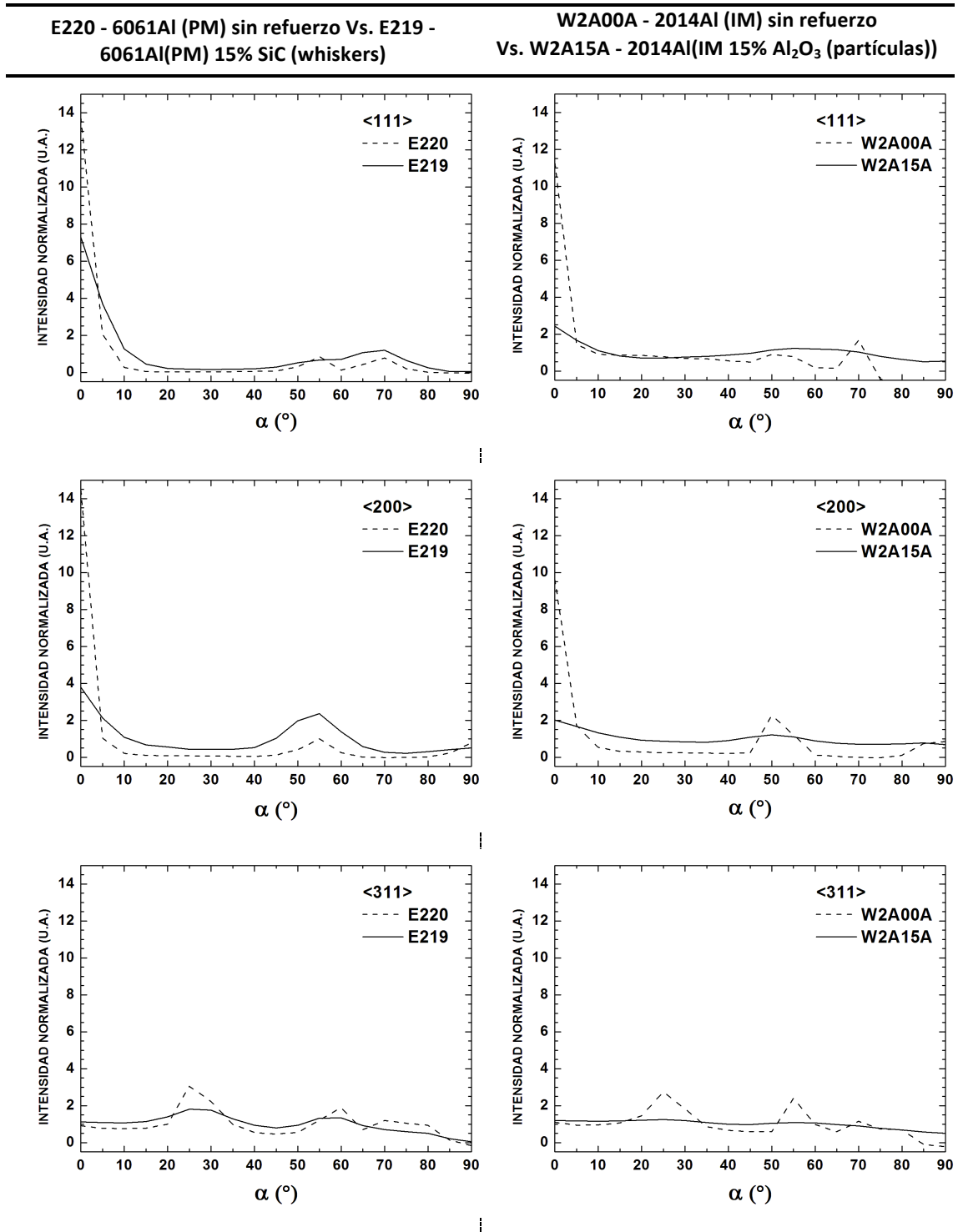


Figura. 3.9. Proyección unidimensional de las figuras de polos directas para los materiales E220/E219 (izquierda) y W2A00A/W2A15A (derecha).

La aleación de colada W6A00A exhibe una textura inesperada, con componente principal $\langle 113 \rangle$, que tal como muestra la figura inversa de polos de la figura 3.6, y diferente a la del material compuesto, se corrobora por ambas técnicas. Esta textura se atribuye al tamaño de grano inusualmente grande encontrado en esta aleación.

La figura 3.10 recoge las proyecciones unidimensionales de las figuras de polos directas de la aleación W6A00A y el material compuesto W6A15A. Se han realizado medidas adicionales sobre la microtextura y la microestructura de esta aleación, cuyos resultados se muestran en la figura 3.11.

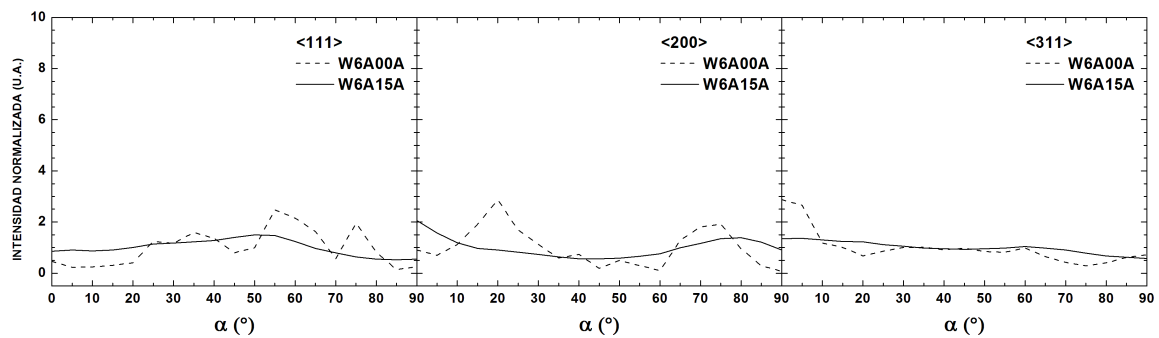


Figura 3.10 Comparación de las proyecciones unidimensionales de las figuras de polos directas de W6A00A y W6A15A

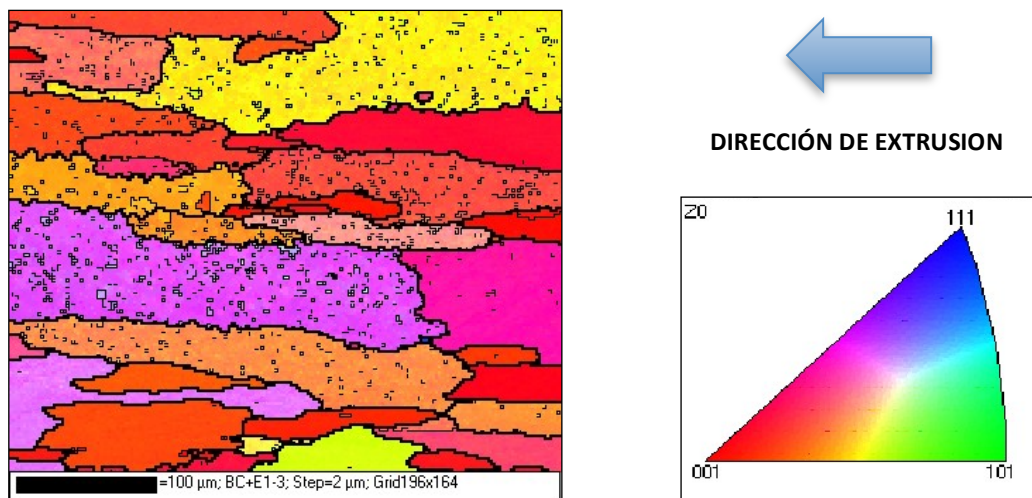


Figura 3.11 Microtextura de la sección transversal de la aleación W6A00A. Los colores rojizos corresponden a la orientación 001, mientras que los violeta y a amarillos, a 311 y 301 respectivamente.

El tamaño de grano de esta aleación es tan grande que hace que no se haya podido observar una gran población de granos simultáneamente. Los granos más pequeños pertenecen a la dirección $\langle 001 \rangle$, mientras que a los más grandes corresponden respectivamente a las direcciones $\langle 311 \rangle$ y $\langle 301 \rangle$.

La presencia de granos tan grandes apunta a un proceso de recristalización secundaria con un marcado crecimiento de grano. La textura es muy débil en comparación con lo que cabría esperar de una aleación de aluminio extruida. Los resultados de microtextura corroboran esta idea. La mayor parte de las orientaciones cristalinas corresponden a componentes en teoría minoritarias. Estas observaciones podrían encajar bien con el PCG (Peripheral Coarse Grain) [70], que pondría de manifiesto un crecimiento desmesurado de granos de textura débil a expensas de los granos más deformados, que son los responsables de la textura de fibra típica de extrusión, $\langle 111 \rangle + \langle 001 \rangle$. En cuanto a la textura del refuerzo, ésta se muestra en la figura 3.12.

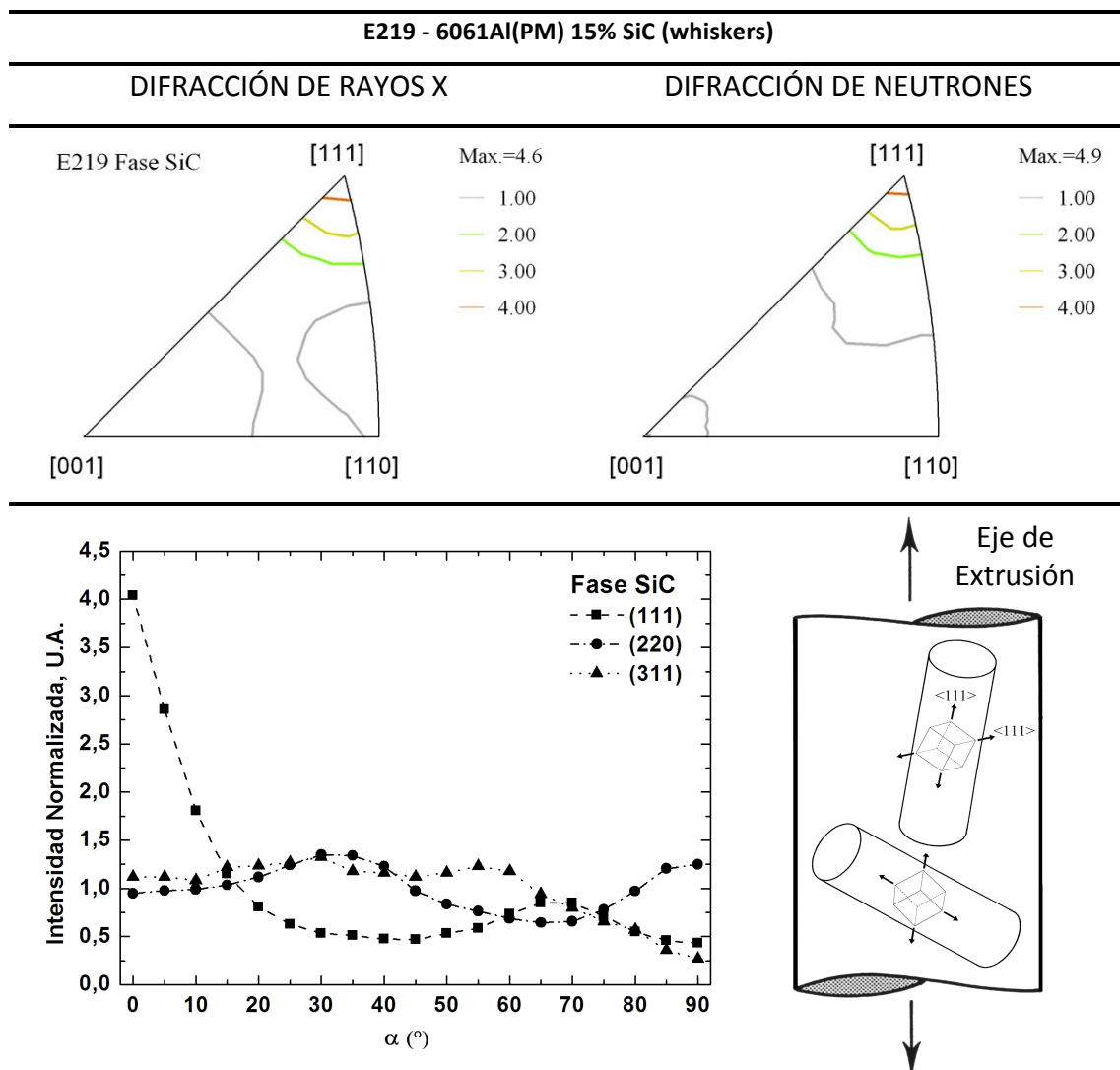


Figura 3.12 Proyección unidimensional de la figura de polos directa de la fase de SiC, presente en el material compuesto E219 (PM), y esquema de la orientación relativa de los cristales de la fase de refuerzo (imagen tomada de [96]).

La orientación de los whiskers de SiC en el material PM E219 ha sido ampliamente estudiada y reportada [52, 96]. Dichos resultados han sido corroborados experimentalmente en el presente trabajo, figura 3.12. En la parte superior se muestran de forma comparativa las figuras de polos inversas por difracción de rayos X y por difracción de neutrones. En la parte inferior se muestra la integración unidimensional de las figuras de polos directas.

Tal como se aprecia, no toda la fase SiC está alineada, sino que se existe una fracción de partículas minoritaria con otras orientaciones al azar y que provienen de la fragmentación de los whiskers durante el procesado [96].

3.3 ENSAYOS DE DUREZA

La figura 3.13 muestra las curvas de envejecimiento de los materiales W2A00A y W2A15A.

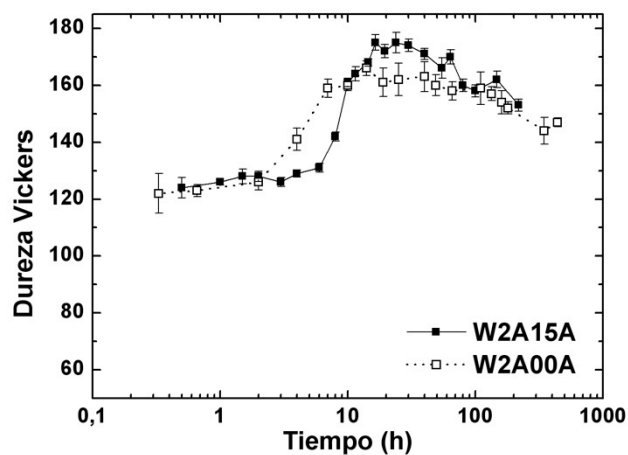


Figura 3.13 Curvas de envejecimiento de W2A15A y W2A00A (160°C)

Se da una etapa inicial de incubación de 3 y 6 horas respectivamente, que es característica de las aleaciones Al-Cu [68]. Durante este período, las durezas de la aleación y del material compuesto son muy similares y permanecen constantes con el tiempo de tratamiento. Sin embargo, terminada la etapa de incubación se produce

un aumento brusco de la dureza. Este aumento es mayor y más rápido en el material compuesto que en la aleación sin reforzar.

En la figura 3.14 se muestran las curvas de envejecimiento de los materiales con matriz de aleación 6061Al, tanto de colada como pulvimetalúrgicos. En ninguno de los se observa la presencia de periodo de incubación. Como es esperable por la presencia de refuerzo, la dureza de los materiales compuestos W6A15A y E219 es mayor que la de las respectivas aleaciones W6A00A y E220. Esta diferencia resulta más significativa en los materiales pulvimetalúrgicos (E219 y E220). En los materiales compuestos, el endurecimiento por precipitación se ve acelerado con respecto a las aleaciones in reforzar.

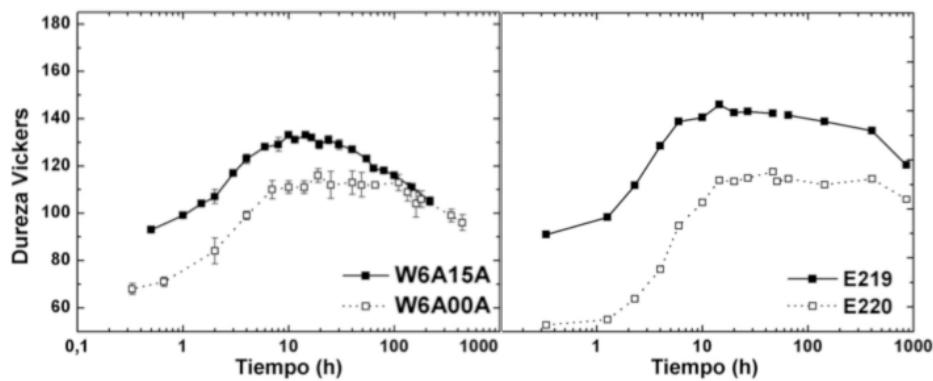


Figura 3.14 Curvas de envejecimiento, a) W6A15A y W6A00A (175°C), y b) E219 y E220 (146°C)

El mecanismo al que se atribuye la precipitación acelerada es la nucleación y crecimiento de precipitados en zonas de la matriz deformadas plásticamente en regiones próximas a las partículas de refuerzo [97, 98]. En estas mismas regiones del material la densidad de dislocaciones es mayor debido al desajuste entre ambas fases [75]. Las zonas con alta densidad de dislocaciones constituyen caminos de fácil difusión. De hecho, el aumento en la densidad de dislocaciones del material, lleva asociado una disminución del tiempo de incubación para la precipitación [58].

En la tabla 3.3 se recogen los tiempos de envejecimiento necesarios para obtener el estado de máximo endurecimiento (T6) a las correspondientes temperaturas de tratamiento y el valor de dureza Vickers en cada caso.

MATERIAL	DENOMINACIÓN	t-T6 (h)	HV-T6	ΔHV
Al6061	W2A00A	18	165	10
Al6061-15 vol% SiC _(w)	W2A15A	16	175	
Al6061	W6A00A	18	116	17
Al6061-15 vol% Al ₂ O _{3 (p)}	W6A15A	10	133	
Al2014	E220	56	111	29
Al2014-15 vol% Al ₂ O _{3 (p)}	E219	16	140	

Tabla 3.3 Tiempos envejecimiento hasta T6, dureza máxima e incremento de dureza entre cada material compuesto y la respectiva aleación sin reforzar.

3.4 COEFICIENTES DE DILATACIÓN

Los resultados de la medida de CTE en calentamiento y enfriamiento se recogen en la tabla 3.4.

MATERIAL	DENOMINACIÓN	CTE ($\times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$)	
		Calent.	Enfriam.
Al6061	E220	27,35	27,37
Al6061-15 vol% SiC _(w)	E219	20,91	21,27
Al6061	W6A00A	27,12	27,39
Al6061-15 vol% Al ₂ O _{3 (p)}	W6A15A	23,79	24,25
Al2014	W2A00A	25,79	26,43
Al2014-15 vol% Al ₂ O _{3 (p)}	W2A15A	22,29	22,85

Tabla 3.4 Valores medios de los coeficientes de expansión térmica lineal en calentamiento y enfriamiento entre temperatura ambiente y 500°C

El CTE de las aleaciones 6061 es ligeramente superior al de la aleación 2014. No existen diferencias significativas en el CTE derivadas del método de procesado (pulvimetalúrgico o colada). Los materiales compuestos presentan un CTE menor que el de las correspondientes aleaciones monolíticas, en el caso de los materiales

compuestos reforzados con alúmina esta diferencia es de un 12%, mientras que en el caso del material reforzado con SiC, esta diferencia llega a ser de un 22% [88].

Teniendo en cuenta que el CTE de los materiales cerámicos de refuerzo, es muy inferior al de las aleaciones, y a su vez, muy diferente de un cerámico a otro, $4 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ para el SiC y $8.1 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ para Al_2O_3 , se pone de manifiesto la influencia de la naturaleza del refuerzo sobre el CTE macroscópico de los materiales compuesto. La diferencia en CTE entre la matriz metálica y el refuerzo cerámica tiene una gran influencia en la generación de tensiones residuales, como se discutirá más adelante.

3.5 COMPORTAMIENTO MECÁNICO

3.5.1 Ensayos mecánicos, tracción/compresión

En la figura 3.15 se muestran curvas de tensión-deformación en tracción y compresión de cada material. Los valores de límite elástico se calcularon a partir de las mismas, y se resumen en la Tabla 3.5

Material	Etiqueta	Procesado	$\sigma_y(\text{compr.})$	$\sigma_y(\text{tracc.})$
Al2014-15%vol. Al_2O_{3p}	W2A15A	Colada	522	460
2014Al	W2A00A	Colada	490	457
Al6061-15%vol. Al_2O_{3p}	W6A15A	Colada	303	285
6061Al	W6A00A	Colada	294	275
Al6061-15%vol.SiC _w	E219	Pulvimet.	443	441
6061Al (PM)	E220	Pulvimet.	386	382

Tabla 3.5 Valores de límite elástico en T6 obtenidos a partir de las curvas de tracción y compresión de los materiales estudiados

En el material compuesto pulvimetalúrgico E219, los valores de límite elástico y resistencia mecánica son superiores a los de la aleación sin reforzar E220. Estas diferencias son menos acusadas entre W6A00A y W6A15A, unos 10 MPa de diferencia entre el límite elástico en ambos modos. En el caso de W2A00A y W2A15A, la diferencia de límite elástico se observa sólo en modo compresión. En tracción se produjo la rotura inesperada de la probeta del compuesto W2A15A a

1,5% de deformación, mientras que el resto de materiales rompieron más allá del 4%.

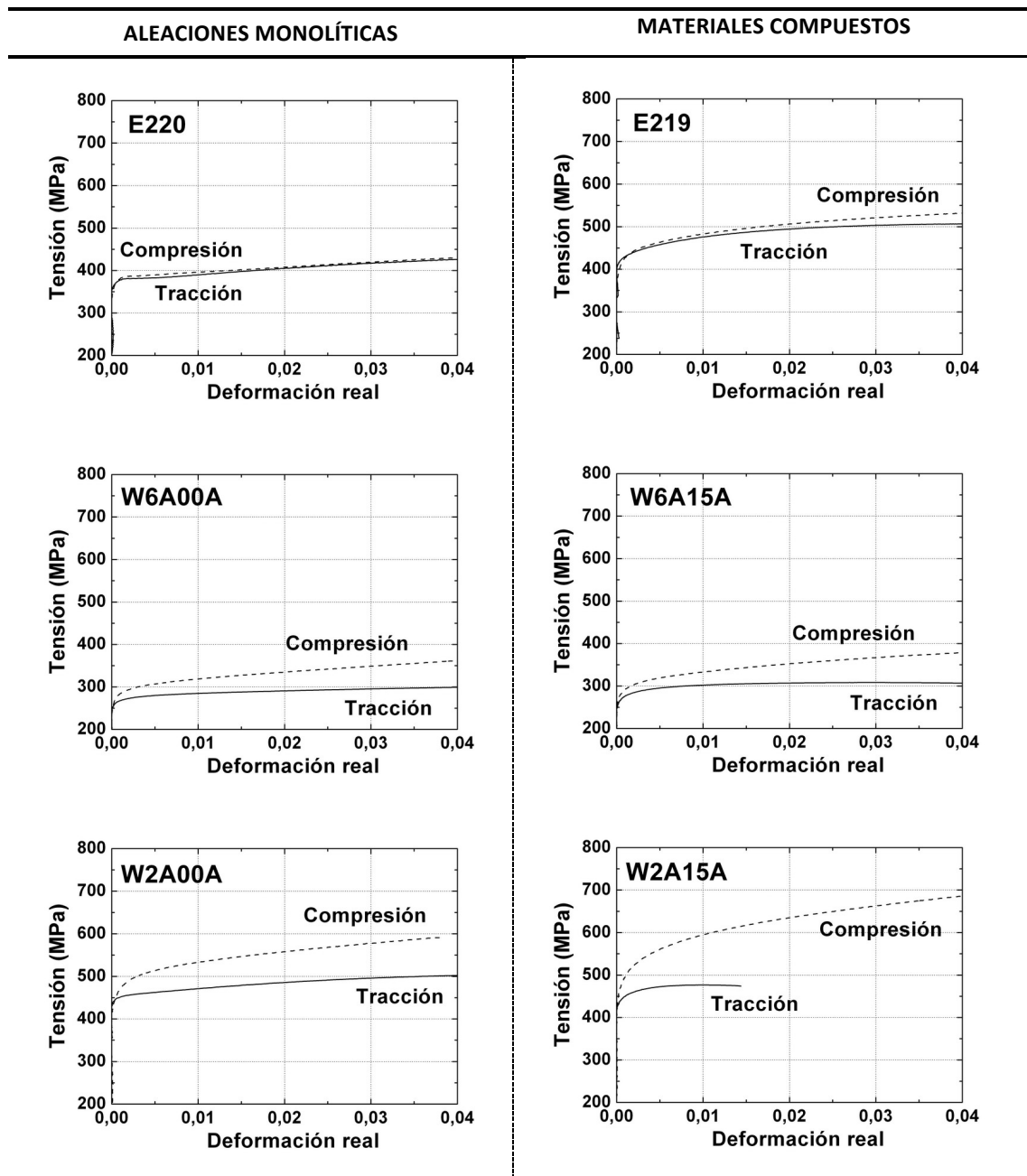


Figura 3.15 Curvas de tracción compresión de los materiales estudiados en el estado T6 de las aleaciones monolíticas (izquierda) y materiales compuestos (derecha)

Para complementar los resultados de tracción, se prepararon micrografías de las superficies de fractura de los materiales de colada, que se muestran en la figura 3.16. En las aleaciones W6A00A y W2A00A, la superficie de fractura presenta una apariencia con formas de copa y cono, que ponen de manifiesto un mecanismo de rotura más o menos dúctil.

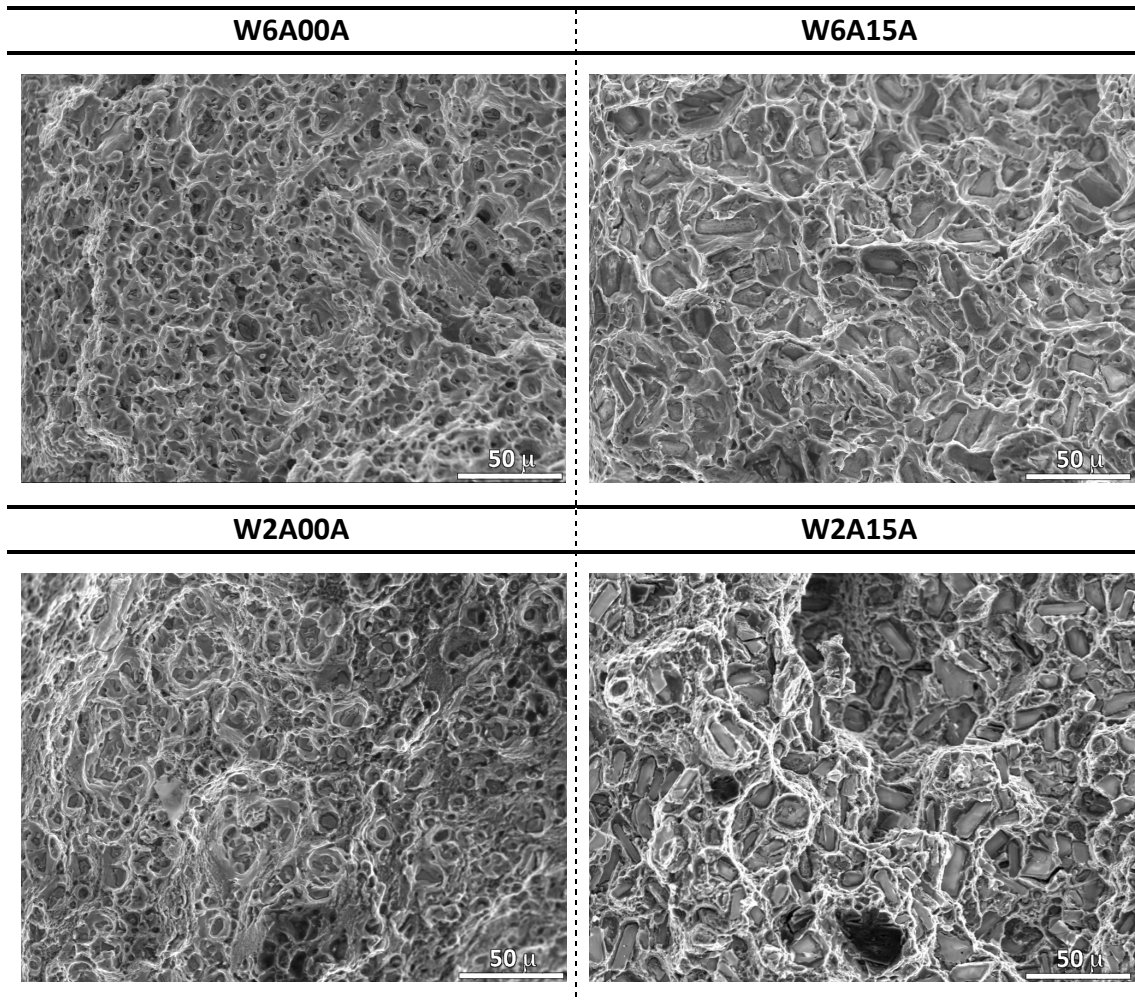


Figura 3.16 Superficies de fractura de los materiales de colada por SEM

En los materiales compuestos sin embargo, no es tan evidente por la presencia del refuerzo, pero sí se aprecia la deformación de la matriz en torno a las partículas. La rotura en este caso se produce entre partículas, por colapso de la matriz a nivel de la intercara [170], sin que haya indicios de rotura de las partículas.

Los materiales de colada, presentaron una fuerte Diferencia de Resistencia Mecánica, DRM (ó SDE), superior al observado y reportado en trabajos previos en el material compuesto pulvimetalúrgico [101]. Por otro lado, es destacable que además el DRM observado aumenta con la deformación.

3.5.2 Evolución del límite elástico y del exponente de endurecimiento con tratamientos de recocido

En la figura 3.17 se recoge la evolución del límite elástico con el tiempo de tratamiento desde el estado térmico T6

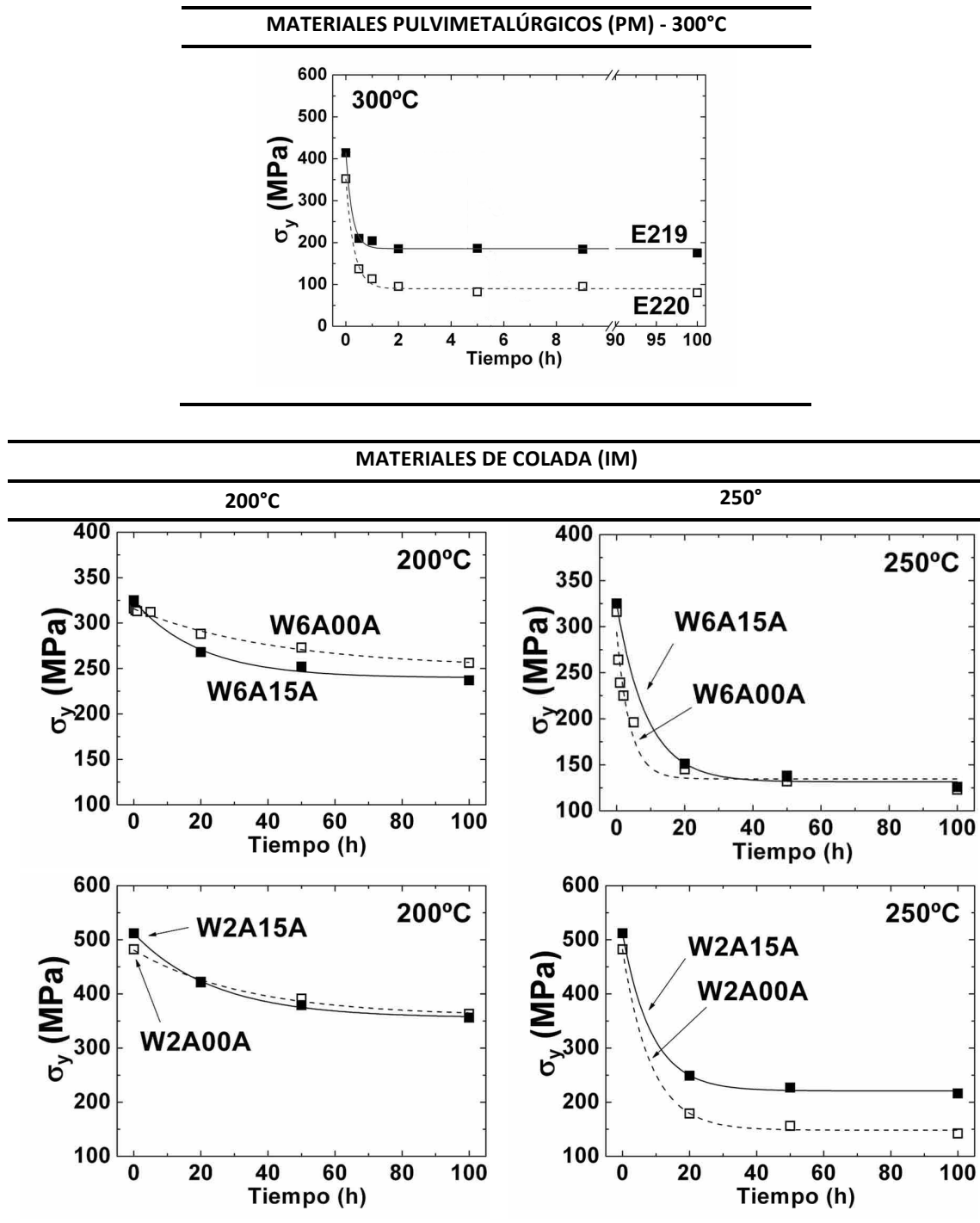


Figura 3.17 Curvas de relajación del límite elástico con el tratamiento de recocido. Las líneas continuas y punteadas muestran los ajustes realizados sobre los datos del material compuesto y de la aleación respectivamente.

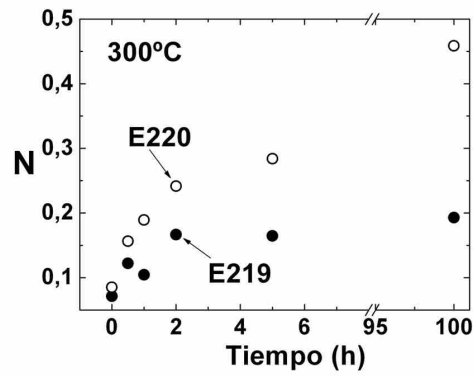
Dicha evolución se describe mediante una función exponencial decreciente. Los parámetros de ajuste de dichas exponenciales se discuten en detalle más adelante. De todos los materiales, los recocidos a 300°C (E219 y E220) sufren la mayor y más rápida variación de límite elástico. En el estado recocido existe una diferencia neta (95 MPa) en el valor de tensión entre ambos materiales.

Esta diferencia también se ha observado entre los materiales W2A15A y W2A00A tras el recocido a 250°C, pero no tras el recocido a 200°C. Por encima de una determinada temperatura de tratamiento, el material compuesto presenta un límite elástico superior al de la aleación monolítica que se atribuye a la presencia de refuerzo, concretamente a las tensiones residuales introducidas por la presencia del mismo [104]. La temperatura de recocido es directamente proporcional a la magnitud y a la velocidad de la disminución del límite elástico y tiene una enorme influencia en el intervalo de temperatura estudiado.

Los ensayos realizados han permitido además estudiar la evolución de los exponentes de endurecimiento, N , con los tratamientos térmicos, figura 3.18. Se ha encontrado que N aumenta con el tiempo de recocido. A 200°C este aumento es ligero y con una tendencia casi lineal, mientras que las variaciones observadas a temperaturas mayores son más amplias y más rápidas. Excepto en el caso de la aleación PM E220, en todos los casos se alcanza un valor máximo de N constante con el tiempo de tratamiento térmico dentro del intervalo estudiado.

El valor inicial de N es similar en cada material compuesto y su aleación sin reforzar. Independientemente del proceso de fabricación, los materiales con matriz de aleación 2014Al presentan un valor inicial de N superior a los basados en 6061Al. Es destacable que el aumento que tiene lugar por efecto del recocido, es superior en las aleaciones sin reforzar que en los compuestos.

MATERIALES PULVIMETALÚRGICOS (PM) - 300°C



MATERIALES DE COLADA (IM)

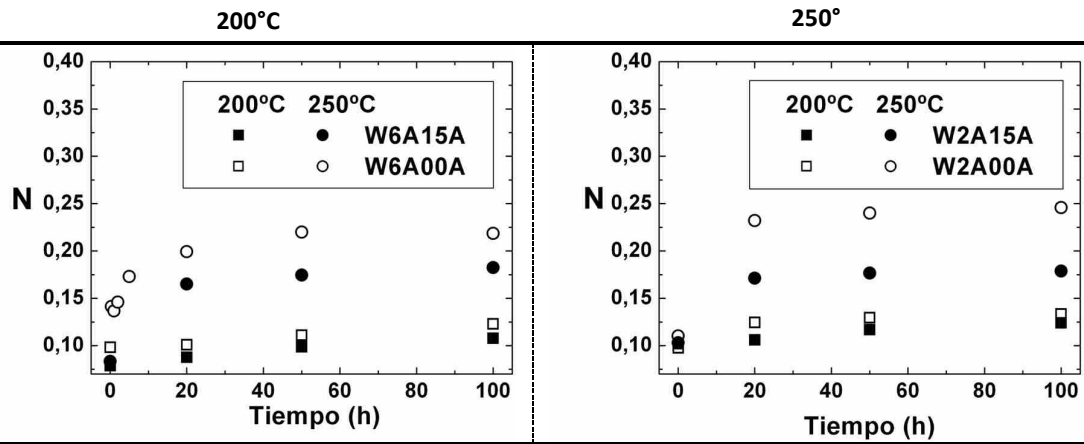


Figura 3.18 Variación del exponente de endurecimiento, N , en función del tiempo de recocido

CAPÍTULO 4. RESULTADOS - TENSIONES RESIDUALES

En este capítulo se muestran los principales resultados de tensiones residuales. Es importante tener en cuenta el largo camino recorrido desde que la obtención de los datos “en bruto”, es decir, los que encierran los picos de difracción que nos permiten medir el espaciado reticular, hasta el cálculo de los valores que conforman la distribución de tensiones residuales en los diferentes estados térmicos y de deformación.

La tensión residual se expresa en términos de sus tres componentes principales del tensor de tensiones, σ_{11} , σ_{22} y σ_{33} . En el sistema de ejes de referencia adoptado, estas tres componentes coinciden respectivamente con los ejes principales en simetría cilíndrica: axial -paralelo al eje de extrusión, y el longitudinal de las muestras cilíndricas-, radial y tangencial, respectivamente.

4.1 ESTADO INICIAL DE TENSIONES RESIDUALES

Como punto de partida se ha adoptado el estado T4 (ver capítulo 2). Este supone un tratamiento térmico no homogéneo muy severo, capaz de generar un estado de tensión residual en el material. De hecho, algunos estudios llevados a cabo por Hossain et al. [102] han confirmado el elevado valor de la contracción volumétrica asociada al temple en agua como mecanismo inductor de una tensión residual elevada.

4.1.1 DISTRIBUCIÓN DE LA TENSIÓN TOTAL

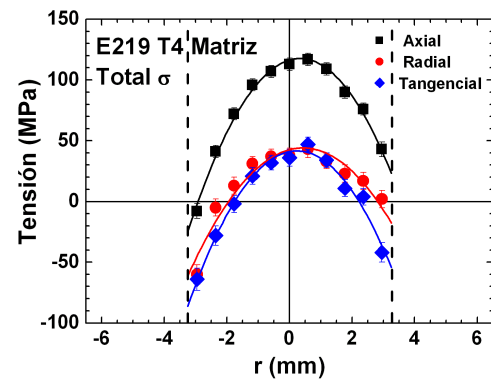
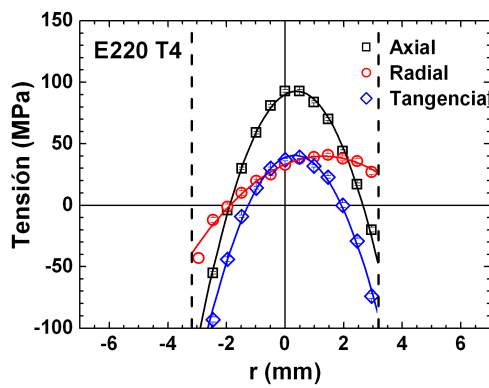
Los resultados mostrados a continuación provienen de medidas de SRD. Se trató de determinar el valor del espaciado reticular de referencia, d_0^{hkl} , del sistema que resultara más representativo del estado “libre de tensión”. Para ello se realizaron medidas en

muestras de material en polvo comercial y limaduras de ambas matrices, 2014Al y 6061Al, así como de polvo de alúmina comercial y whiskers de SiC. Sin embargo, el valor de referencia empleado finalmente se obtuvo analíticamente a partir del equilibrio de la tensión axial macroscópica. El método de cálculo y los criterios comparativos que llevaron al empleo de este valor de referencia, se desarrollan en detalle y se discuten en el próximo capítulo.

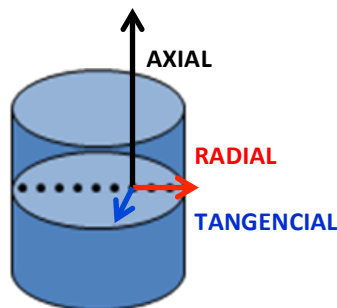
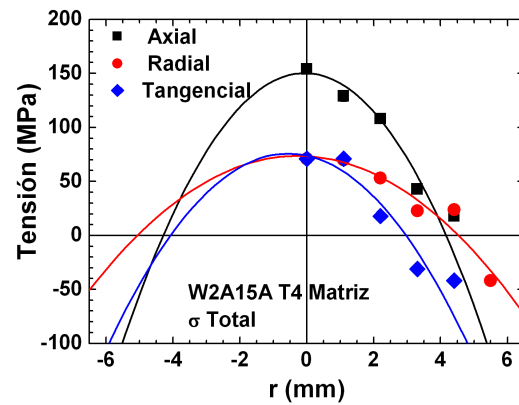
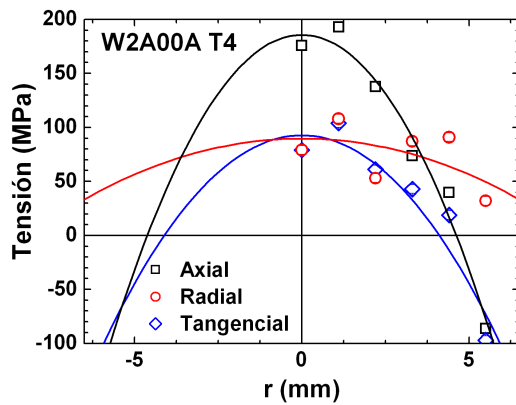
La figura 4.1 muestra los valores de la tensión total en los distintos materiales, medida punto a punto a lo largo de una dirección radial de la sección transversal central de las muestras. Los resultados experimentales muestran una tendencia muy similar para el mismo estado térmico. Las líneas discontinuas verticales de la figura 4.1 a) representan los límites geométricos de la muestras PM, ya que su diámetro es la mitad del de las muestras de los materiales IM, 6.5 frente a 13 mm.

En los materiales E220 y E219, se observa que las tensiones residuales inducidas por temple, desarrollan perfiles parabólicos simétricos (excepto en algún caso discutido más adelante) a lo largo de la sección transversal de las muestras (dirección diametral) [90]. Así pues, se adoptó la premisa de que las componentes de tensión se distribuyen de forma simétrica para establecer una base de diseño de experimentos posteriores, así como de tratamiento y análisis de datos que fue posteriormente aplicada a los materiales IM. Esta consistió en la obtención de medidas experimentales a lo largo de un eje radial, desde $r = 0$ hasta $r = R$, siendo R el valor del radio de la muestra. Posteriormente, se realizó el ajuste matemático de los valores experimentales a la ecuación de una parábola desde $r = -R$ hasta $r = R$. Dichos ajustes se representan en la figura 4.1. Para cada muestra se muestran tres ajustes diferentes, correspondientes a las componentes axial (negro), radial (rojo) y tangencial (azul).

a)



b)



c)

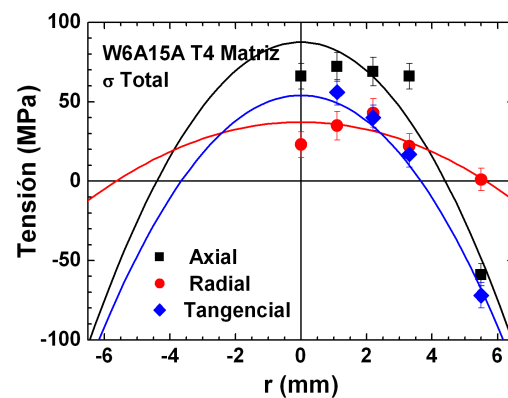


Figura 4.1 Distribución de la tensión residual axial, radial y tangencial (en la matriz). Estado T4. a) E220 y E219 b) W2A00A y W2A15A y c) W6A15A. Las líneas discontinuas en a) representan los límites de las muestras, ya que estas fueron de 6,5 mm de diámetro frente a los 13 mm de las muestras de c) y d).

La componente axial de todos los materiales es más intensa que la radial y la tangencial. Presenta valores máximos positivos (de tracción) en el centro, $r = 0$, que disminuyen a

medida que nos alejamos, hasta alcanzar un valor negativo que se hace máximo en la superficie de la muestra, $r = R$. Solo en el caso del material compuesto E219 la componente axial de la tensión total resulta de tracción a lo largo de toda la sección transversal del cilindro. Las componentes radial y tangencial son similares entre sí en el centro de las muestras, excepto en el material compuesto W6A15A. El valor de la componente radial en el centro cae ligeramente respecto al de la tangencial, aunque deberían coincidir debido a que en el centro, ambas son equivalentes. Esta variación se atribuye a un error en la medida.

El perfil de la componente tangencial es en todos los casos muy similar a la axial pero presenta valores inferiores. La componente radial a su vez, presenta también un valor máximo de tracción en el centro, que disminuye con la distancia al mismo, pero de forma menos acusada. Llega a entrar ligeramente en compresión en las regiones más externas de la muestra.

En la tabla 4.1 se recogen los valores de las componentes de la tensión total en el centro de los cilindros ($r=0$) que resultan del ajuste matemático (ajuste parabólico).

Tensión Total – T4, $r = 0$ mm			
Material	Ax. [$\sigma_{(1,1)}$] (MPa)	Rad. [$\sigma_{(2,2)}$] (MPa)	Tan. [$\sigma_{(3,3)}$] (MPa)
E220	90 (1)	33 (1)	39 (1)
E219	116 (2)	43 (3)	41 (3)
W2A00A	177 (12)	70 (11)	92 (18)
W2A15A	149 (12)	72 (7)	68 (12)
W6A15A	84 (13)	35 (6)	62 (2)

Tabla 4.1. Valores de tensión total en $r = 0$ a partir del ajuste parabólico de los resultados experimentales. El error se indica entre paréntesis

En la aleación de colada W6A00A, no se obtuvieron valores fiables. Esto se atribuye, tal y como se esperaba por su tamaño de grano inusualmente grande, (capítulo 3), a un número de granos demasiado bajo en el volumen de medida. Como consecuencia, la señal de estos picos de difracción es más pobre y la medida resulta menos precisa.

En el caso de los materiales PM, E220 y E219, figura 4.1a, la componente axial es más intensa en el material compuesto E219 que en la aleación E220, 116 MPa frente a 90 MPa, respectivamente (tabla 4.1). Sin embargo, las componentes radial y tangencial son muy similares entre sí en ambos materiales. En los materiales de colada W2A00A-W2A15A (figura 4.1b), ocurre lo contrario: la componente axial es claramente más intensa en la aleación que en el material compuesto, 177 frente a 149 MPa, respectivamente.

En el material compuesto W6A15A, la componente axial es significativamente menor que la de los otros dos compuestos. Llama la atención que sea incluso más baja que la del compuesto E219, de la misma matriz, teniendo un tamaño de muestra superior al de esta última. Sin embargo, es necesario tener en cuenta que las diferencias entre los materiales estudiados dan lugar, como se discutirá más adelante, a una variedad de efectos combinados sobre el estado de tensiones residuales, tales como la naturaleza de la matriz, del refuerzo, el método de procesado, el tamaño de muestra, etc.

4.1.2 DISTRIBUCIÓN DE LAS TENSIONES MACRO Y MICROSCÓPICAS

A partir de los valores de la tensión total se ha obtenido, el valor de las contribuciones macroscópica y microscópica en los materiales compuestos por medio de las ecuaciones (1.18) y (1.20). La variación de ambas a lo largo de la dirección diametral (sección transversal) se muestra en la figura 4.2.

Las gráficas de la izquierda de la figura muestran las componentes principales de tensión macroscópica en los tres materiales compuestos. En las de la derecha, se muestran las de tensión microscópica en la matriz de los mismos. Para el alcance del presente trabajo, se ha considerado la macrotensión o tensión de tipo I debida al efecto de los tratamientos térmicos, y la microtensión, o de tipo II, derivada del desajuste entre matriz y refuerzo en materiales compuestos como únicas contribuciones significativas a la tensión total. En las aleaciones, la tensión total se identifica con la macroscópica, ya que no hay contribución del refuerzo. Esto no significa, como se discutirá en el próximo

capítulo, que no puedan existir otras contribuciones, como tensiones intergranulares, también de tipo II, pero para el propósito de este trabajo no se han considerado.

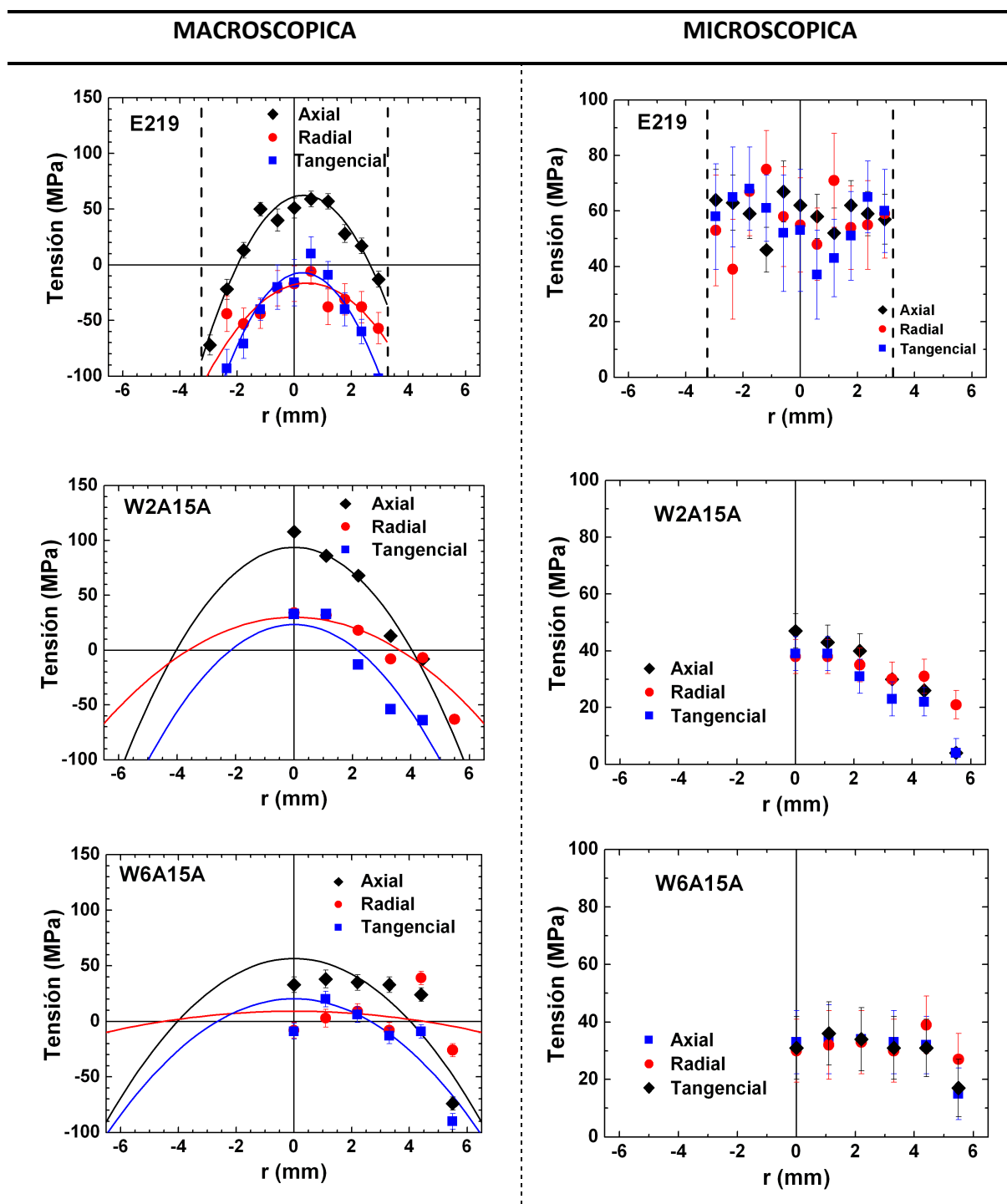


Figura 4.2 Perfiles de tensión residual macro y micro en la matriz de los materiales compuestos (E219, W2A15A y W6A15A) en estado T4

El perfil de la tensión macroscópica en los materiales compuestos también es parabólico, con una curvatura muy similar a la de la tensión total (figura 4.1). Sin embargo, la

magnitud de la tensión macroscópica desarrollada en los materiales compuestos es muy inferior a la de las aleaciones sin reforzar, tal como muestran los valores en la tabla 4.2. Esto se explica más adelante en términos de un coeficiente de expansión térmico, CTE, menor en el compuesto.

Tensión Macroscópica – T4, r= 0 mm			
Material	Ax. [$\sigma_{(1,1)}$] (MPa)	Rad. [$\sigma_{(2,2)}$] (MPa)	Tan. [$\sigma_{(3,3)}$] (MPa)
E220(*)	90 (1)	33 (1)	39 (1)
E219	58 (3)	-18 (6)	-8 (5)
W2A00A(*)	177 (12)	70 (11)	92 (18)
W2A15A	103 (11)	33 (11)	30 (11)
W6A15A	50 (15)	4 (14)	11 (11)

(*) Estos valores se corresponden con los de la tabla 4.1

Tabla 4.2. Valores de tensión macroscópica en $r = 0$ a partir del ajuste parabólicos de los resultados experimentales. El error se indica entre paréntesis

En el caso del material compuesto E219, la componente axial de la tensión total es superior a la de la aleación E220. Sin embargo, su tensión macroscópica es en realidad un 30% inferior a la de ésta, lo que evidencia una importante contribución de la tensión microscópica a la tensión total en el material compuesto. En el caso de los materiales de colada W2A00A y W2A15A, la componente axial macroscópica del material compuesto es también inferior (en un 40%) a la de la aleación. Los valores tensión macroscópica de W2A00A y W2A15A son significativamente superiores a los de E220/E219, mientras que los de tensión microscópica son inferiores. Por supuesto, en esta comparación es importante destacar la diferencia en el tamaño de muestra entre ambos, E220/E219 y W2A00A/W2A15A, y que tiene, como se verá más adelante, un marcado efecto sobre la magnitud del perfil de tensión. En el caso del compuesto W6A15A la tensión macroscópica es del mismo orden de magnitud que la de E219, a pesar incluso de que el diámetro de la muestra de este último es la mitad.

Por otro lado, en todos los casos existe una gran diferencia entre el valor de la componente axial, y el de las otras dos. Dicha diferencia pone de manifiesto el elevado

carácter desviador de la tensión residual, que está muy relacionado con el efecto del avance del frente térmico derivado del temple en geometría cilíndrica.

El perfil de la tensión microscópica es muy diferente al de la macroscópica, tal como se aprecia en la figura 4.2. Ésta es positiva (tracción) en la matriz de los tres compuestos. Además, las tres componentes principales presentan valores muy similares entre sí en la matriz de cada uno de los compuestos, lo que pone de manifiesto un marcado carácter hidrostático. La tensión microscópica en la fase de refuerzo es negativa (compresión) [90].

La diferencia más destacable entre la tensión microscópica en el material compuesto PM, E219, y en los de colada, W2A15A y W6A15A estriba en que en el primero se mantiene constante con la dirección radial, mientras que en los otros se da cierto gradiente entre el centro de los cilindros y las regiones cercanas a los extremos, sobre todo en el compuesto W2A15A. El valor de tensión microscópica en el compuesto E219 es aproximadamente un 20% superior al que se desarrolla en el centro de los compuestos W2A15A, y W6A15A.

4.2 EFECTO DEL TAMAÑO DE MUESTRA EN LAS TENSIONES RESIDUALES

Es bien conocido que el efecto del temple, -que genera un frente térmico que avanza hacia el interior del material-, varía con el tamaño del componente templado [13, 106]. Teniendo en cuenta las diferencias en magnitud de tensión obtenidas en apartados anteriores, entre las aleaciones E220 (muestra de \varnothing 6,5mm x L 13 mm) y W2A00A (muestra de \varnothing 13,5 mm x L 26 mm), tabla 4.2, se infiere que la magnitud de la tensión macroscópica acumulada parece tener cierta relación con el tamaño, habida cuenta de que los CET de estas aleaciones no son tan diferentes entre sí como para dar cuenta de una diferencia de tensión tan elevada.

Sin embargo, la comparación directa de estos valores de tensión no sirve para esclarecer la posible dependencia de la tensión residual con el tamaño de muestra, ya que se trata

de aleaciones diferentes, con el temple realizado en momentos diferentes, y con medidas realizadas en momentos diferentes.

En la figura 4.3 se muestra la distribución de las componentes principales de tensión a lo largo del diámetro de la sección transversal, en muestras de dos diámetros, 6,5 y 13 mm, y longitud constante (40 mm), de la misma aleación W2A00A, templadas al mismo tiempo, y medidas en el mismo experimento, esto es, en la mismas condiciones de haz.

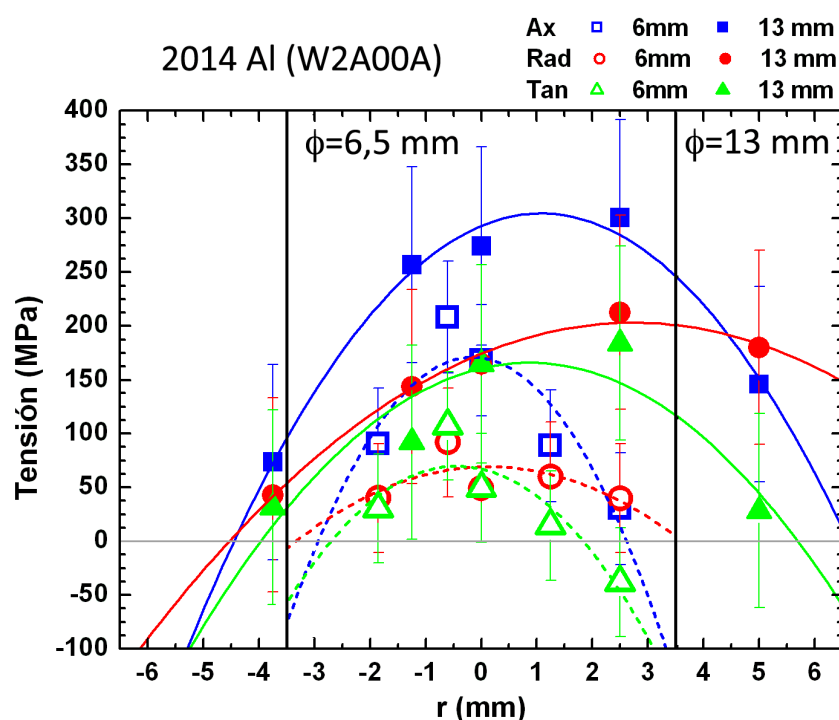


Figura 4.3 distribución de las componentes principales de tensión residual macroscópica en la aleación W2A00A (2014Al) en estado térmico T4, en dos diámetros investigados, 6,5 y 13 mm. Las líneas verticales representan los límites de la muestra de 6,5 mm.

En la muestra de ϕ 13 mm los perfiles de las tres componentes de tensión aparecen ligeramente desplazados hacia la derecha. Esto puede ser atribuido a diferentes efectos, como asimetría en el temple, o bien a un error instrumental de alineamiento de la muestra, como se comentará más adelante.

De forma análoga a los resultados mostrados de experimentos anteriores, la tensión se distribuye también de forma parabólica. Sin embargo, con estas medidas queda de

manifiesto que la tensión desarrollada en la muestra de 13 mm de diámetro es, para las tres componentes, muy superior a la observada en la de 6,5 mm. En la tabla 4.3 se muestran los valores de tensión de tracción en el centro de los cilindros. El aumento más significativo se produce en las componentes radial y tangencial, un 60% de aumento, frente a un 40% de aumento de la componente axial.

W2A00A - Tensión Total en T4, r= 0 mm (MPa)			
Componente	Ø = 6 mm	Ø = 13 mm	Δσ (%)
Ax. [$\sigma_{(1,1)}$]	171 (28)	293 (12)	71
Rad. [$\sigma_{(2,2)}$]	69 (15)	174 (6)	152
Tan. [$\sigma_{(3,3)}$]	67 (22)	161 (28)	140

Tabla 4.3. Valores de tensión total en la aleación W2A00A, en $r = 0$, a partir del ajuste parabólico de los resultados experimentales para los dos diámetros de muestra ensayados, a longitud constante. El error se indica entre paréntesis

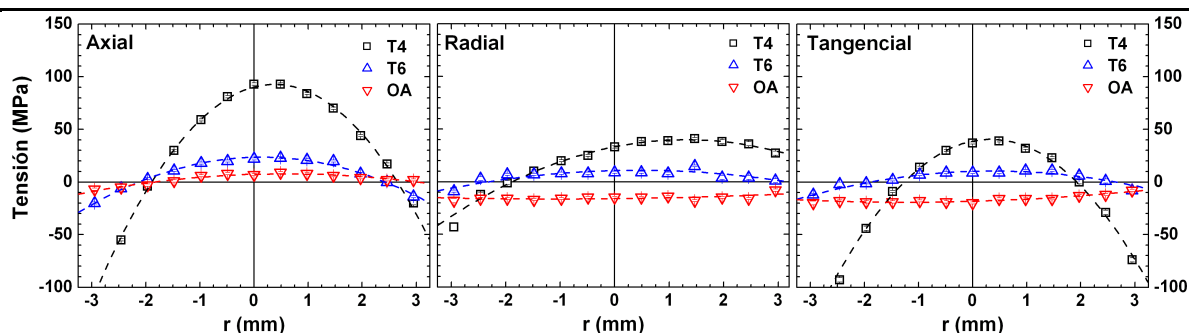
4.3 EVOLUCIÓN DE LAS DE TENSIONES RESIDUALES CON TRATAMIENTOS TÉRMICOS

Como es bien conocido, los tratamientos térmicos de recocido a suficiente temperatura, producen relajación de las tensiones residuales [90,107,108]. En el presente trabajo se trata de profundizar en estos fenómenos de relajación, para lo cual, se ha estudiado la evolución de los perfiles de tensión residual generados por temple con, primero de un tratamiento de envejecimiento (T6) típico de aleaciones de aluminio [13], y después de un recocido hasta un estado de sobre-envejecimiento (OA).

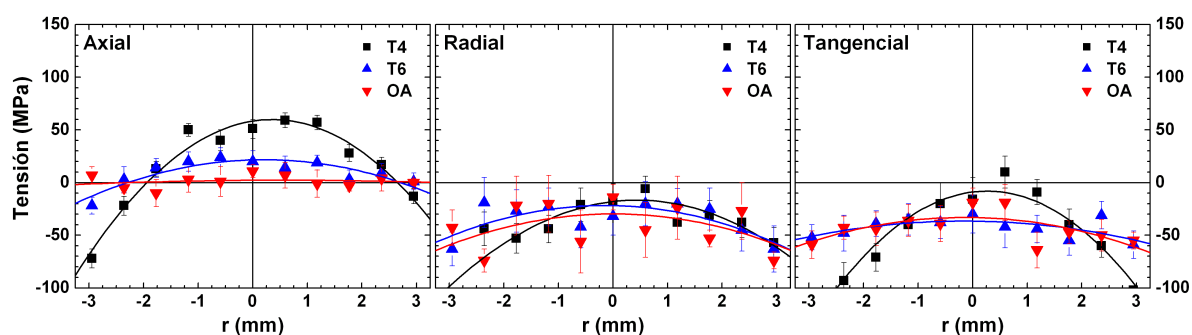
4.3.1 EVOLUCIÓN DE LA TENSIÓN RESIDUAL MACROSCÓPICA

En la figura 4.6 se muestra el efecto de los tratamientos térmicos sobre los perfiles de las componentes principales de tensión macroscópica en todos los materiales estudiados.

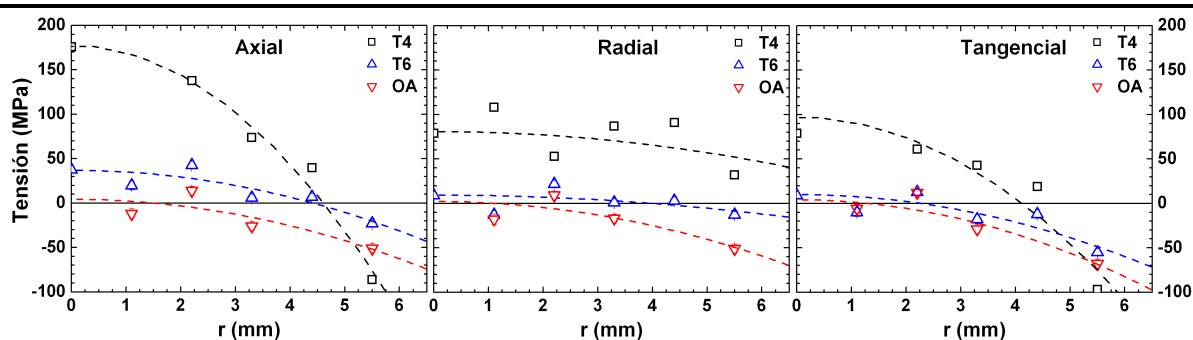
E220 - 6061Al sin refuerzo – PM – Probeta: $\varnothing=6$ mm; $l=13$ mm



E219 - 6061Al 15% SiC (whiskers) – PM – Probeta: $\varnothing=6$ mm; $l=13$ mm



W2A00A - 2014Al sin refuerzo – IM – Probeta: $\varnothing=13$ mm; $l=24$ mm



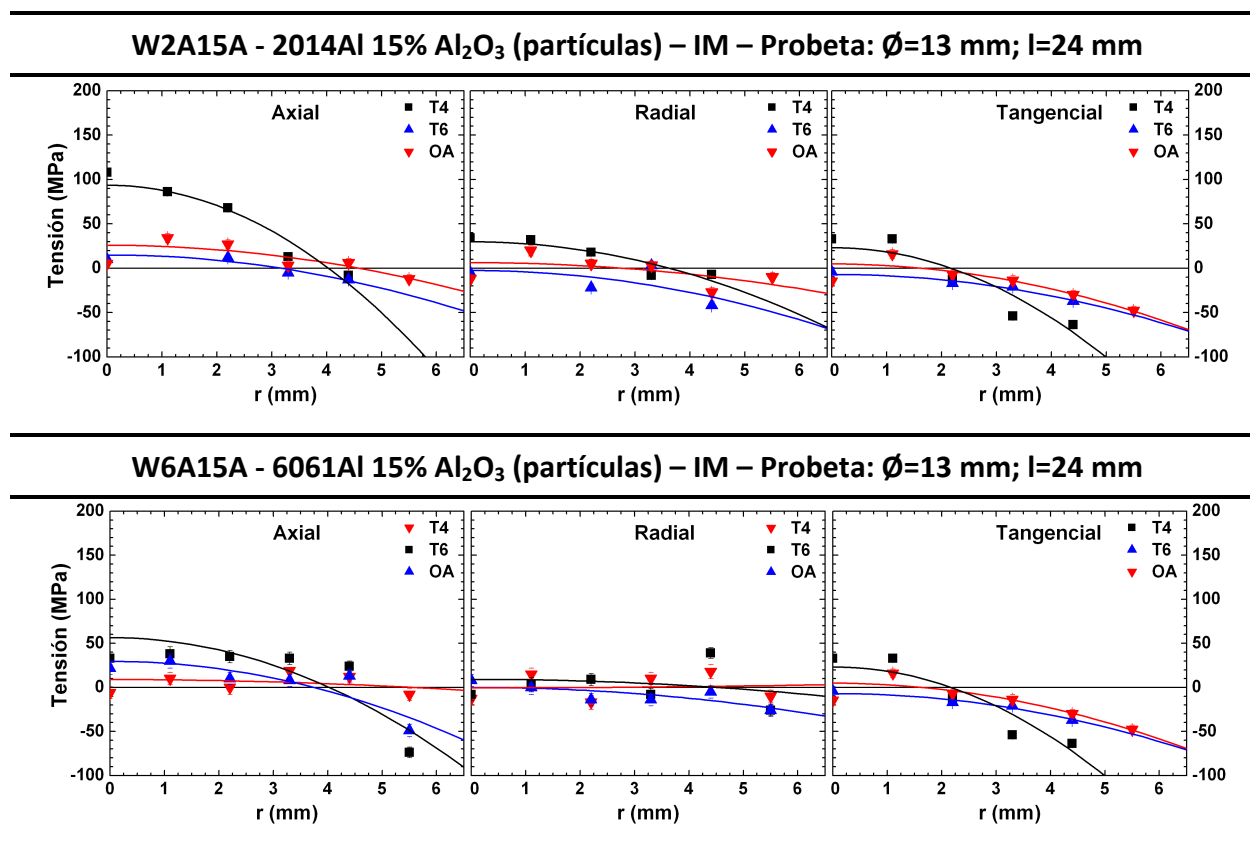


Figura 4.4 Evolución de los perfiles de tensión macroscópica con tratamientos de envejecimiento

El perfil de la componente axial de tensión presente en T4 se suaviza considerablemente con el tratamiento de envejecimiento hasta T6 en todos los materiales. Las componentes radial y tangencial, de menor magnitud que la axial, relajan prácticamente por completo en T6. El tratamiento de sobre-envejecimiento OA produce una relajación posterior sobre la tensión de T6, dicha relajación se muestra como una disminución del valor absoluto de tensión en cada punto de la sección transversal.

Nótese que en los materiales PM se da un desplazamiento constante de unos 40 MPa de las componentes radial y tangencial hacia valores negativos de tensión. Dicho desplazamiento se debe a un efecto instrumental que será discutido y justificado más adelante.

4.3.2 EVOLUCIÓN DE LA TENSIÓN RESIDUAL MICROSCÓPICA

Los perfiles de la tensión residual microscópica en la matriz de los materiales compuestos en los diferentes estados estudiados T4, T6 y OA se recogen en la figura 4.7.

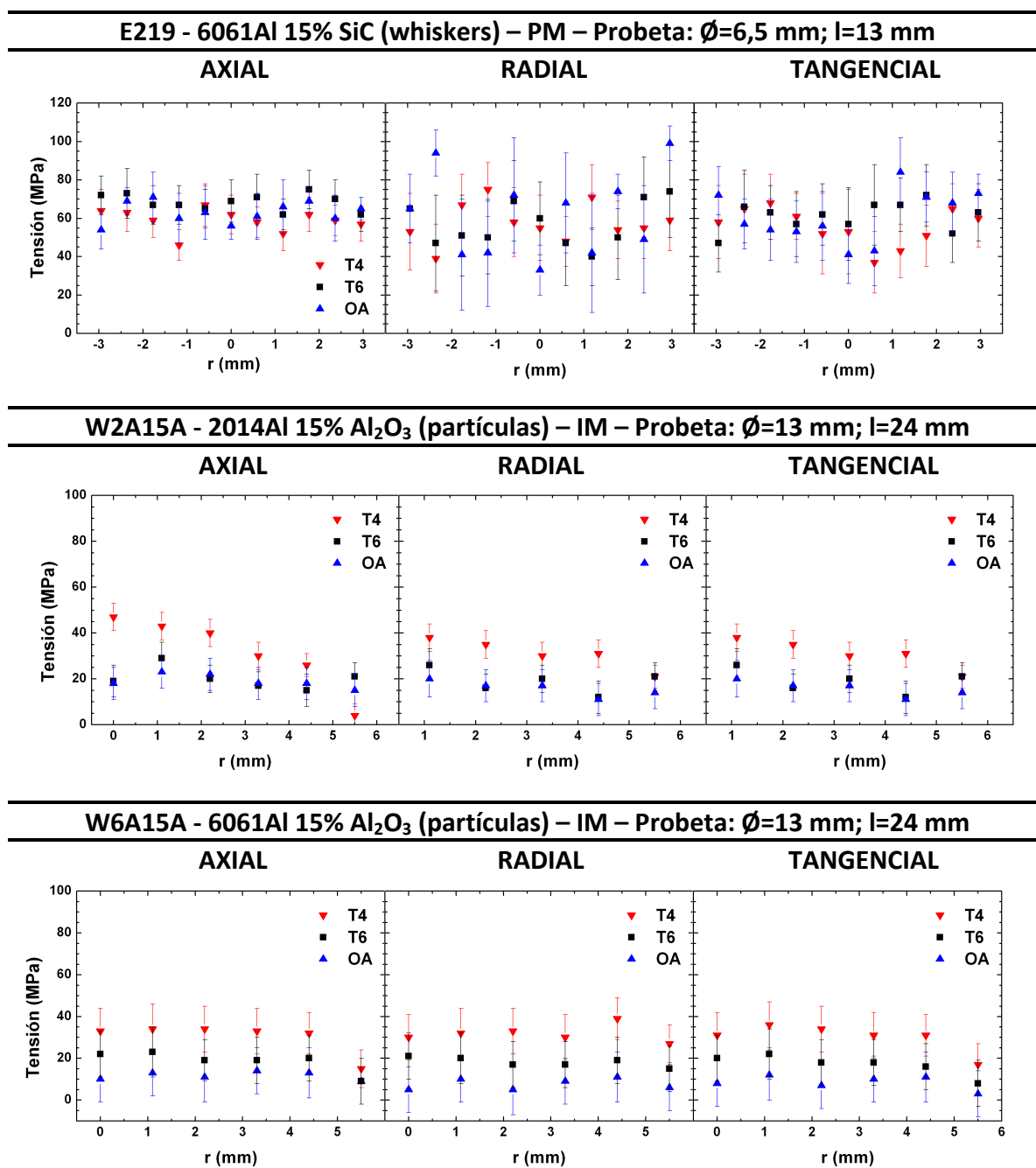


Figura 4.5 Evolución de los perfiles de tensión microscópica con tratamientos de envejecimiento.

Se observan diferencias importantes entre el compuesto pulvimetalúrgico, PM, E219, y los compuestos obtenidos por colada, W2A15A y W6A15A. Es destacable el hecho de

que en el compuesto E219 la tensión microscópica no se relaja con los tratamientos de recocido.

Los otros dos, sin embargo, tienen en común una relajación parcial con el envejecimiento de T4 a T6, en la que la tensión microscópica tiende además a suavizarse, desapareciendo el ligero gradiente a lo largo del radio observado en W2A15A en T4. El recocido posterior, tratamiento OA, produce una muy ligera relajación en ambos compuestos.

4.4 CINÉTICA DE RELAJACIÓN CON TRATAMIENTOS TÉRMICOS DE LA TENSIÓN RESIDUAL ACUMULADA

Con el objetivo de estudiar en mayor profundidad la influencia del recocido (tiempo y temperatura de tratamiento) sobre la relajación de la tensión residual, se han llevado a cabo experimentos específicos para medir la variación de la magnitud de la tensión residual acumulada en el centro de las probetas. Los materiales estudiados han sido la aleación y el compuesto PM, E220 y E219, respectivamente. Las condiciones experimentales se describen con detalle en el capítulo 1.

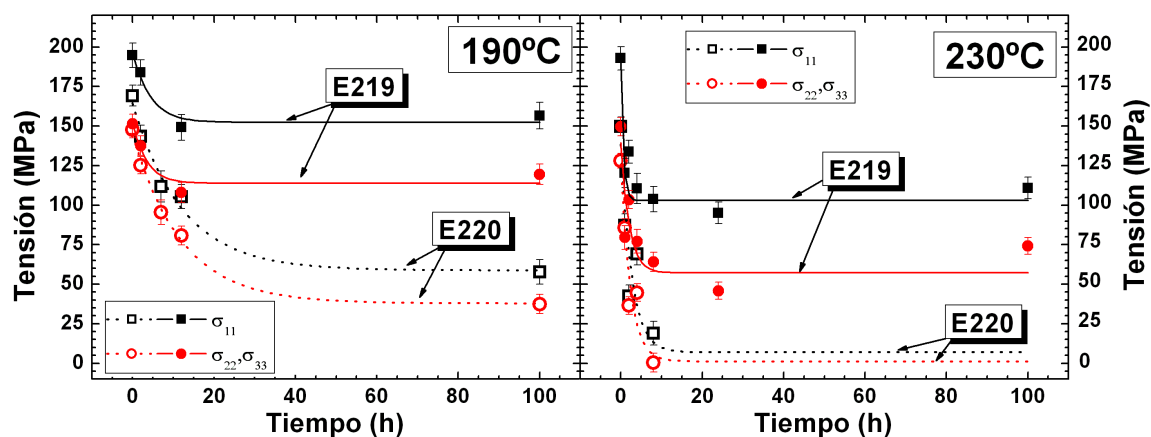


Figura 4.6 Relajación con tratamientos térmicos de las componentes principales de tensión total en E220 y E219. Valores de tensión en el centro de los cilindros, donde radial y tangencial tienen el mismo valor.

La figura 4.6 muestra la variación a 190 (izquierda) y 230°C (derecha) de las componentes de principales de tensión total. En el centro de las probetas los valores de las componentes σ_{22} y σ_{33} , radial y tangencial respectivamente, coinciden.

Se observa que la variación de la tensión con los tratamientos aplicados en todos los casos se puede describir mediante una exponencial decreciente. En la aleación PM, E220, el recocido a la temperatura inferior, 190°C, produce una relajación parcial de la tensión. A temperaturas de recocido superiores la relajación es más rápida y la magnitud de la relajación es mayor. Concretamente, a 230°C, la tensión residual total se relaja completamente. Las medidas a 100h de tratamiento a 230°C, aunque no se muestran, dieron unos valores de tensión total muy elevados, del orden de los 75 MPa. Esto no tiene sentido desde un punto de vista físico. Teniendo en cuenta que el valor asintótico se alcanza en la medida a 8h, se ha despreciado este valor (100h) y se ha asumido que la relajación de este material fue total, a efectos de cálculo y discusión de resultados.

En el material compuesto, E219, la tensión residual total también relaja de forma exponencial con el tiempo de recocido. La amplitud de la relajación, y su velocidad también aumenta con la temperatura de recocido. A 190°C la magnitud de la relajación es inferior a la que tiene lugar en la aleación. Esta temperatura de tratamiento no resulta suficiente para relajar totalmente la tensión de ninguno de los dos materiales. A 230°C tampoco se produce la relajación total en el compuesto, cosa que sí ocurría en la aleación. Para ambos tratamientos, los tiempos de relajación en el material compuesto resultan más cortos que en la aleación. Es decir, la presencia de refuerzo hace que la magnitud de la relajación de la tensión residual en el compuesto sea menor que en la aleación, pero que se produzca un a tiempo más corto.

4.5 EVOLUCIÓN DE LAS TENSIONES RESIDUALES CON LA DEFORMACIÓN PLÁSTICA.

Es conocido que la tensión residual se ve afectada por la deformación plástica del material [114,115]. En este trabajo se han estudiado esta variación, para lo cual se han realizado medidas en muestras en estado térmico T6, pre-ensayadas a varios niveles de deformación, en tracción y compresión (deformación uniaxial). Los materiales objeto de

este estudio han sido los de colada tanto aleaciones, como materiales compuestos. La descripción de los ensayos previos y las condiciones experimentales se encuentran en el capítulo 2.

4.5.1 EVOLUCIÓN CON LA DEFORMACIÓN EN COMPRESIÓN

En la figura 4.7 se muestra la variación de la tensión residual total en la matriz de los materiales de colada W2A00A-W2A15A y W6A00A-W6A15A.

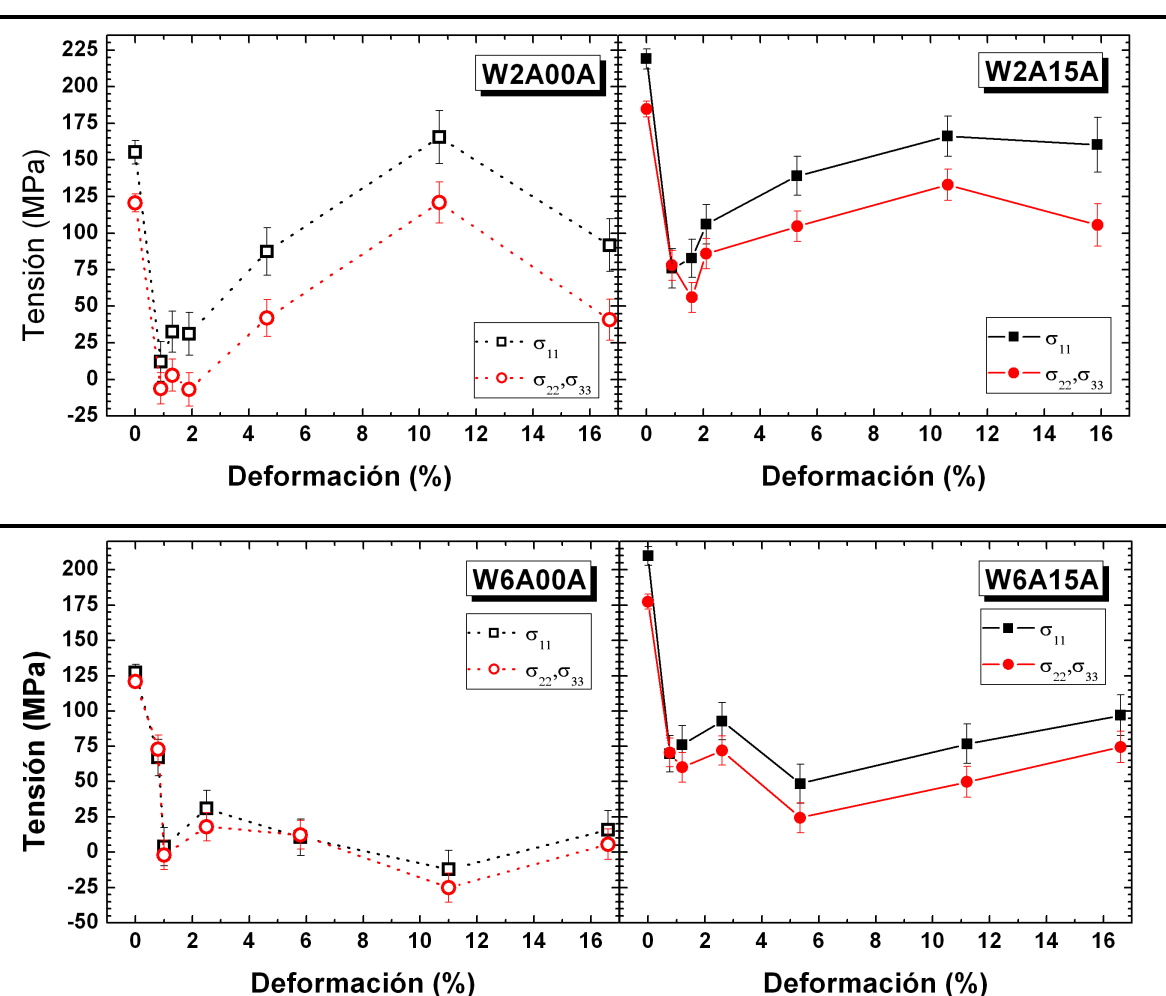


Figura 4.7 Evolución de las componentes principales de tensión residual total con la deformación en compresión en los materiales de colada (IM). Izquierda: Aleaciones W2A00A y W6A00A. Derecha: materiales compuestos W2A15A y W6A15A

Los valores de tensión corresponden al centro de los cilindros, donde σ_{11} es máximo y σ_{22} es igual a σ_{33} . En todos los casos, la deformación aplicada produce una rápida disminución de las tres componentes de la tensión, de manera que, deformaciones

aplicadas inferiores al 1% prácticamente se relajan toda la tensión. En los materiales basados en la aleación 2014, se observa un significativo aumento posterior de la tensión para deformaciones superiores al 2%. Dicha variación se da de forma más acusada en la aleación W2A00A que en el material compuesto W2A15A.

El comportamiento de los materiales compuestos es similar al de las aleaciones, la relajación de la tensión ocurre a grados de deformación inferiores al 1%. No se aprecia por tanto, un efecto significativo del refuerzo sobre el grado de deformación necesaria para producir la relajación.

Las medidas realizadas en la fase de refuerzo han permitido calcular los valores de tensión macroscópica y microscópica en la matriz del material compuesto. En la figura 4.8 se muestra la evolución de los valores de macro y micro tensión en los dos materiales compuestos IM, W2A15A y W6A15A.

Al visualizar la variación de las contribuciones macro y micro a la tensión total en materiales compuestos, ambas son positivas o de tracción en el estado inicial, figura 4.8 (izquierda). De forma análoga a la tensión total, la macro relaja bruscamente con grados de deformación bajos.

La tensión microscópica, figura 4.8 (derecha), de unos 80 MPa en W2A15A y 60 MPa en W6A15A, no se ve afectada por la deformación de una forma tan clara como la macroscópica. Se aprecia tan sólo una disminución ligera y una variación un tanto errática de la tensión residual microscópica con la deformación. Parece evidente que la deformación plástica relaja principalmente la tensión macroscópica, y que la micro varía de forma muy suave con la deformación.

Por encima de valores del 2% el aumento de la tensión observado es únicamente macroscópico, y mucho más acentuado en W2A15A que en W6A15A.

una clara variación de este tipo de tensión, tal como ocurre con la total y la macroscópica. Se aprecia tan sólo una disminución ligera y una variación un tanto errática de la tensión residual microscópica con la deformación.

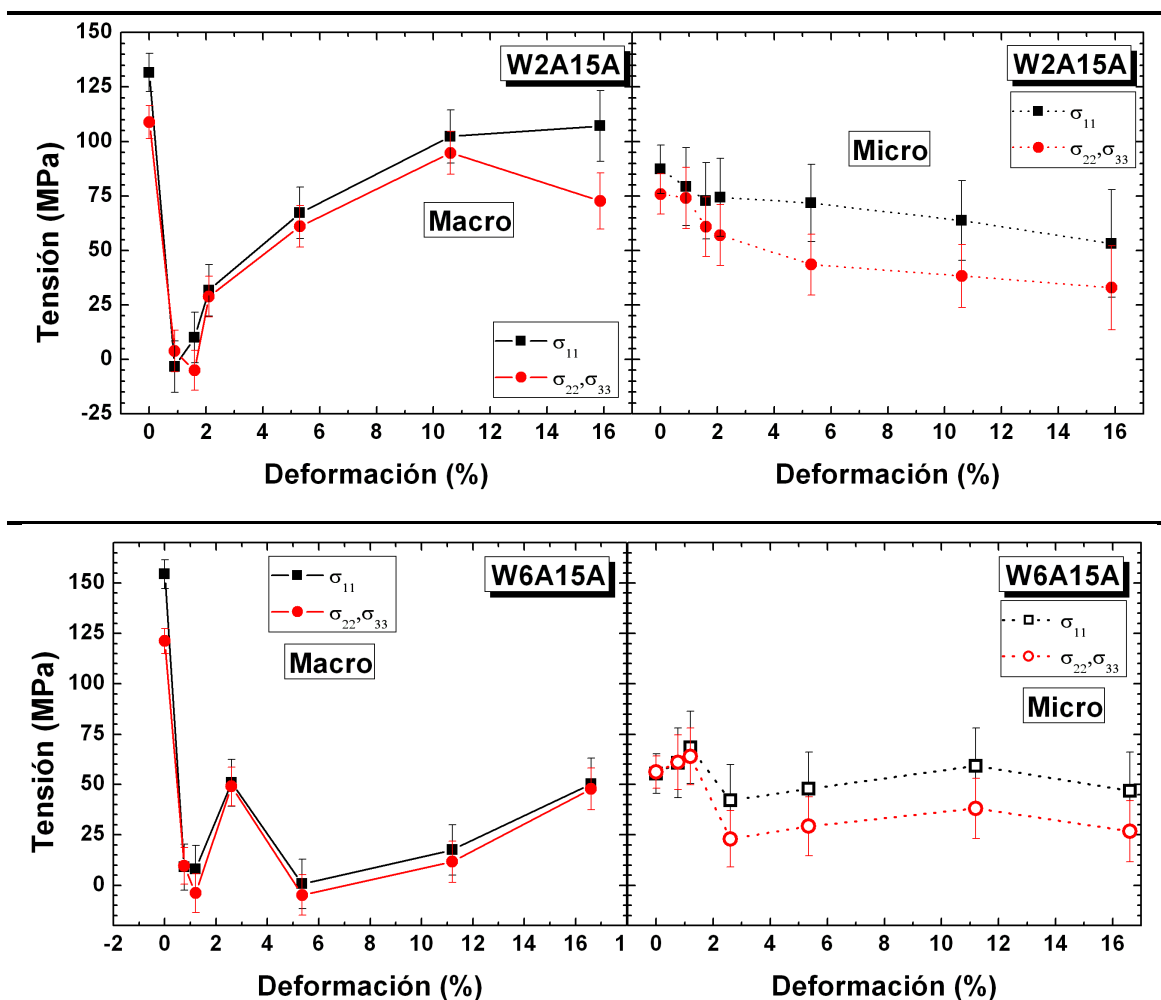


Figura 4.8 Evolución de las tensiones residuales macroscópica y microscópica en la matriz de los materiales compuestos W2A15A y W6A15A con la deformación aplicada en compresión. Izquierda: tensión macroscópica. Derecha: tensión microscópica.

4.5.2 EVOLUCIÓN CON LA DEFORMACIÓN EN TRACCIÓN

Las medidas de tensión residual en muestras de tracción se han determinado por difracción de radiación sincrotrón. Se realizaron medidas sobre todos los materiales de colada (IM), sin embargo, solo se obtuvieron resultados interpretables de la aleación IM W2A00A (2014Al), y del material compuesto IM W6A15A (6061Al 15%vol Al_2O_3).

En la figura 4.9 Se muestra la tensión total (las medidas en la fase de refuerzo presentaron una dispersión de los resultados tan elevada que imposibilitó la separación de las contribuciones macro y microscópica).

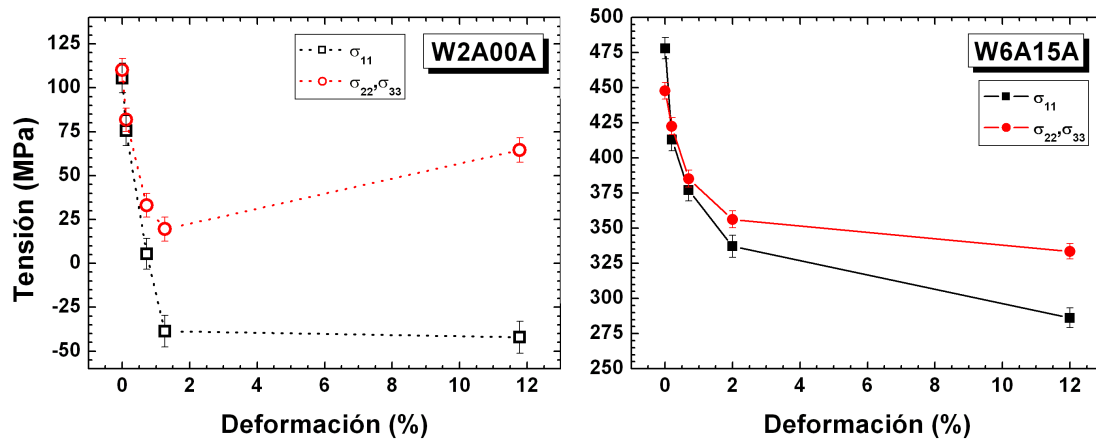


Figura 4.9 Evolución de la tensión total con la deformación plástica por tracción. Izquierda: aleación W2A00A. Derecha: material compuesto W6A15A

Los valores de tensión encontrados en el compuesto W6A15A son muy elevados (figura 4.9 derecha) en relación a los órdenes de magnitud que se han manejado en los diferentes estudios a lo largo del presente capítulo. Dichos valores se atribuyen a que en este caso la medida del espaciado reticular del material en polvo esté introduciendo un error sobre la medida que desplaza toda la curva hacia valores mayores de tensión.

No obstante, si se evalúa la variación relativa al estado de mínima tensión se observan diferencias con respecto al modo anterior: mientras que en compresión todas las componentes de tensión relajan drásticamente y de forma similar entre sí, la componente axial en tracción, σ_{11} , relaja de forma más pronunciada que σ_{22} y σ_{33} . Por otro lado, no se produce el aumento de tensión por encima de 2% de deformación que se observa en modo de compresión. En este caso la relajación es casi total para un 2% de deformación.

- PARTE III: DISCUSIÓN Y CONCLUSIONES -

CAPÍTULO 5. DISCUSIÓN

5.1 CONSIDERACIONES GEOMÉTRICAS EN LA DETERMINACIÓN DE TENSIONES RESIDUALES

5.1.1 OPTIMIZACIÓN DEL VOLUMEN DE MEDIDA EN DIFRACCIÓN DE RADIACIÓN SINCROTRÓN

En difracción de radiación de sincrotrón (SRD), las energías de haz características hacen que los ángulos de difracción sean tan bajos que una de las dimensiones del volumen de medida resultante es sustancialmente mayor que las demás. Esta circunstancia conduce a un empobrecimiento en la resolución espacial, en esa dirección. A continuación se plantea un método analítico, que permite optimizar dicha resolución. Este método fue originalmente ideado para el planteamiento del experimento de medida realizado en ID31 de ESRF, ver capítulo 2. Sin embargo, las conclusiones extraídas son extensibles a las medidas realizadas en EDDI, BESSY, HZB.

Ángulos de difracción bajos, dan lugar a un volumen de medida en forma de diamante o prisma romboidal, en el que la diagonal mayor resulta mucho más larga que las dimensiones del haz. Éstas están definidas por las rendijas primaria y secundaria, tal como se muestra de forma esquemática en la figura 5.1, donde t es la altura del haz incidente (y difractado) y b la anchura. D y d son las diagonales mayor y menor respectivamente, y θ es el ángulo de difracción.

La longitud de la diagonal mayor supone un problema, en especial cuando se realizan barridos de medida a lo largo de la muestra en posiciones próximas al borde, porque al aplicar el método del $\sin^2\psi$ existe la posibilidad de que el volumen de medida salga de la muestra y registre efectos indeseables.

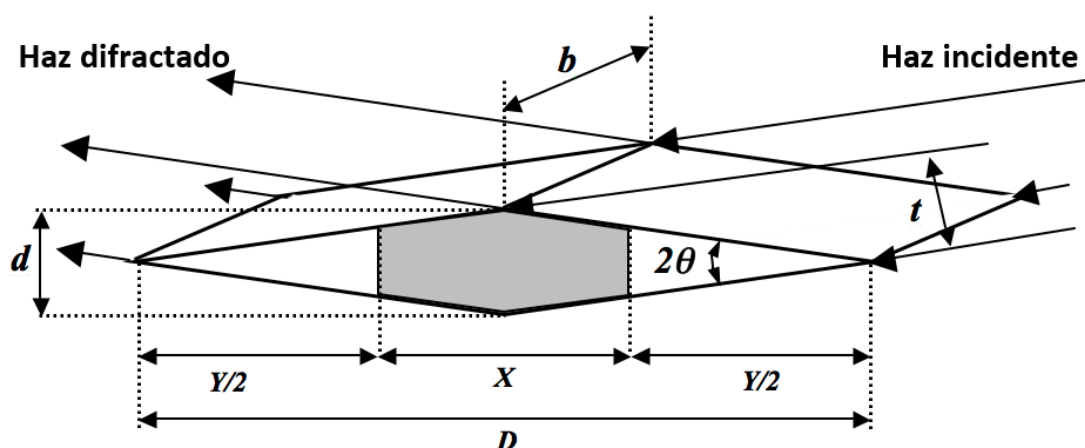


Figura 5.1 Volumen de medida de geometría prismática romboidal generada por el haz de rayos X de sincrotrón. En gris se muestra el volumen efectivo (prisma troncado) cubierto por el valor de X seleccionado.

Para solucionar estas dificultades se ha analizado la variación del volumen de medida con las dimensiones del haz y la familia de planos hkl . El volumen de medida total se puede definir como el producto del área de la base por la anchura del prisma, que coincide con la anchura del haz, b . Si D es la diagonal mayor, y d , diagonal menor, entonces,

$$D = \frac{t}{\sin \theta} \quad (5.1)$$

$$d = \frac{t}{\cos \theta} \quad (5.2)$$

El volumen total es,

$$V_T = \frac{D \cdot d}{2} \cdot b \quad (5.3)$$

esto es,

$$V_T = \frac{t^2 \cdot b}{2 \cdot \sin \theta \cdot \cos \theta} \quad (5.4)$$

o expresado de otra forma,

$$V_T = \frac{t^2 \cdot b}{\sin 2\theta} \quad (5.5)$$

Con esta expresión se puede calcular el volumen de medida como función de las dimensiones del haz para cada familia hkl. Si se toma solo una fracción de D , en lugar de su valor total, esto es, X en la figura 5.1, el resultado es un prisma truncado, cuyo volumen también se puede calcular en función de X .

Es necesario primero calcular el volumen de los dos prismas triangulares generados cuando se considera una dimensión X determinada. El volumen de medida total se corresponderá con el del prisma considerado inicialmente menos dos veces el volumen de los prismas triangulares. Siendo $Y = D - X$, entonces, el volumen como función de X se expresa como,

$$V = \left[\frac{t^2 \cdot b}{\sin 2\theta} - \frac{(D-X)^2 \cdot \tan \theta}{2} \right] \cdot b \quad (5.6)$$

Si se normalizan V y X , respecto a el volumen máximo y el valor máximo de X , y se opera convenientemente, se obtiene,

$$\frac{V}{V_{max}} = \frac{X}{X_{max}} \left[2 - \frac{X}{X_{max}} \right] \quad (5.7)$$

De acuerdo con esta expresión, si se toma en consideración tan sólo el 50% de la diagonal mayor, esto es, $X/X_{max} = 0,5$, el volumen de medida del prisma resultante contendrá el 75% del volumen total, ya que $V/V_{max} = 0,75$. Esto nos permite reducir la dimensión mayor del volumen de media, y por consiguiente mejorar la resolución espacial. Por ejemplo, en la figura 5.2, se ha representado el valor del volumen de medida como función de X para diferentes valores de la dimensión t del haz, para el caso de la reflexión 311 del aluminio, con una energía de haz de 60 keV, siendo $b = 500 \mu$.

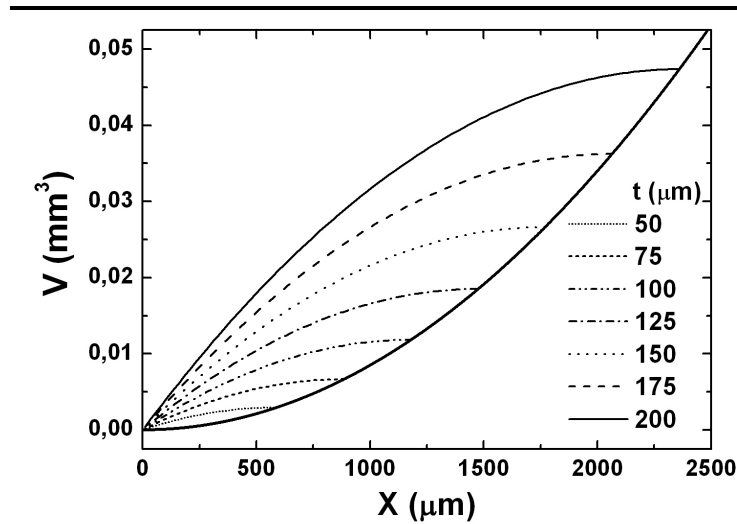


Figura 5.2 Variación del volumen de medida frente a la dimensión X de la diagonal mayor del volumen de medida para los planos 311 de la fase aluminio.

Independientemente del valor de t , la curva alcanza siempre el 90% del volumen máximo, para un X igual al 68,5% de la diagonal mayor, D , tal como muestra la parábola envolvente en la figura 5.2. Así pues, mediante dicha parábola, para cada t , es posible conocer el valor óptimo de la dimensión equivalente de la diagonal mayor X , que contendrá la mayor parte (90%) del volumen real de medida. Este análisis, permite por tanto seleccionar las dimensiones de haz que optimice la resolución espacial.

5.1.2 MINIMA DISTANCIA LÍMITE EN SRD

Al realizar un barrido a lo largo de la sección transversal de la muestra cilíndrica es importante conocer la distancia mínima desde el centro del volumen de medida hasta el borde de la probeta con la finalidad de poder mantenerlo completamente sumergido en el material durante la medida. Cuando se coloca la muestra de modo que el eje axial sea paralelo al vector de difracción q , resulta necesario calcular la distancia mínima del borde a las bases del prisma, así como al borde lateral del mismo, Z e Y en la figura 5.3.

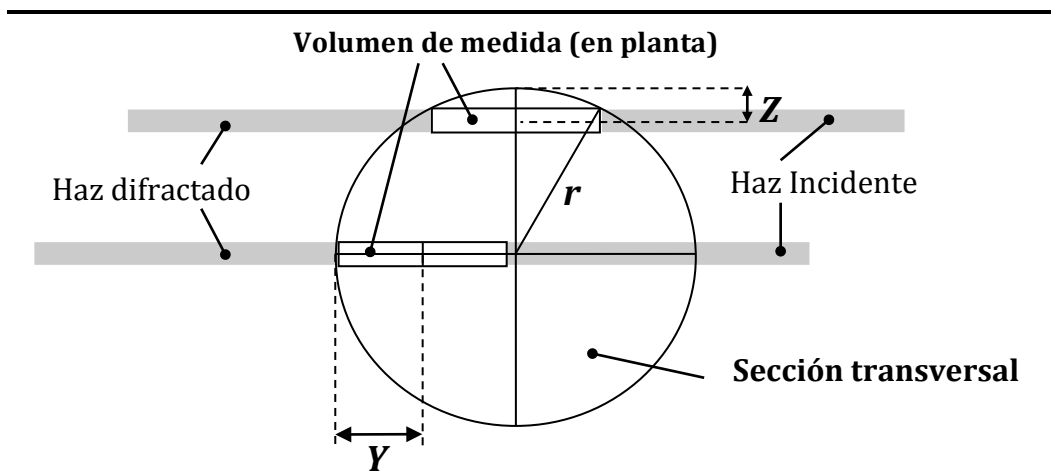


Figura 5.3 Esquema de la disposición del volumen de medida respecto a la sección transversal de la muestra. Se muestran las distancias Z e Y . El vector de difracción es paralelo al eje axial (normal a la sección transversal)

La distancia Z puede calcularse a partir de D (o de la magnitud X elegida) de acuerdo a,

$$Z = r + \frac{b}{2} - \sqrt{r^2 - \left(\frac{X}{2}\right)^2} \quad (5.8)$$

Por otro lado, $Y \approx D/2$. Sin embargo, tal como se ha demostrado en la sección anterior, para el 50% central de la distancia D del prisma se tiene el 75% del volumen del mismo. Así pues, se puede tomar como distancia mínima al borde, $D/4$ en lugar de $D/2$ si se considera que la parte central del prisma contiene la mayor parte del volumen de difracción, y por tanto, de la señal difractada. La dependencia de Y con la anchura de haz y con 2θ es obviamente la misma que la de D .

De este modo, el valor de Y es tal que la mayor parte del volumen de medida permanece en el interior del material al girar la muestra alrededor de un eje perpendicular al vector de difracción, q (*i.e.* un eje imaginario vertical en la figura 5.3), cuando se aplica el método del $\sin^2\psi$. Las premisas adoptadas permiten diseñar con mayor precisión el mapa sobre el que se estudiará el estado tensional, y utilizar una distancia mínima fiable en la medida cuando, como es el caso, se emplean muestras cilíndricas. Se evitan así efectos indeseables tales como pseudo-tensiones [109].

5.2 EL ESTADO LIBRE DE TENSIÓN

De forma resumida, se puede decir que la determinación de tensiones residuales por técnicas de difracción se basa en la medida de las deformaciones de la red cristalina del material, que a su vez se obtiene midiendo las distancias interplanares [110]. Por consiguiente, resulta fundamental la medida precisa de la distancia que pueda considerarse perteneciente a un estado libre de tensión, ecuación (1.24).

La selección de un material representativo de este estado resulta complicada en materiales compuestos de matriz endurecible, porque los tratamientos mecánicos o térmicos que inducen un determinado estado de tensión residual influyen también en las características microestructurales, tales como el estado de precipitación y la textura [176]. Éstas a su vez, pueden influir en el valor de las distancias interplanares. En la práctica, para los materiales objeto de estudio en este trabajo, los materiales de referencia que han permitido medir experimentalmente una distancia que puede considerarse correspondiente a un estado libre de tensión, pero con el mismo estado de precipitación que el material objeto de estudio, son polvos del mismo material de partida, sometidos a un tratamiento similar al de las muestras masivas.

Sin embargo, desde un punto de vista experimental se ha encontrado que el valor de la tensión se encuentra muy influido por las variaciones en la media del espaciado reticular del material de referencia entre distintos instrumentos, o incluso entre diferentes condiciones de medida en el mismo instrumento.

5.2.1 CALCULO DE d_0 DE EQUILIBRIO

Para el desarrollo que se describe a continuación se tiene en cuenta que, independientemente del estado de referencia es necesario que se satisfaga la condición de equilibrio de la tensión macroscópica axial en geometría cilíndrica [103]. En muestras con altura del cilindro muy superior al radio (en las que se desprecian, por tanto los posibles efectos de los extremos del cilindro), dicha condición viene expresada como:

$$\int_0^R \int_0^{2\pi} \sigma_{11} \cdot r \cdot dr \cdot d\varphi = 0 \quad (5.9)$$

Donde R es el radio del cilindro y φ es el ángulo alrededor de su eje axial. Debido a la simetría axial, esta integral puede reducirse y expresarse como una sumatoria en un eje radial de la forma:

$$\sum_i \sigma_i^{11} \cdot r_i \cdot \Delta r_i = 0 \quad (5.10)$$

Donde el subíndice i representa cada posición radial, r_i es la distancia entre dos posiciones radiales consecutivas. El valor de la tensión en cada punto se puede expresar mediante la Ley de Hooke generalizada de la elasticidad lineal [111,142,181];

$$\sigma_i^{11} = A \cdot \varepsilon_i^{11} + B \cdot (\varepsilon_i^{22} + \varepsilon_i^{33}) \quad (5.11)$$

siendo

$$A = \frac{E \cdot (1-\nu)}{(1+\nu) \cdot (1-2\nu)} \quad \text{y} \quad B = \frac{E \cdot \nu}{(1+\nu) \cdot (1-2\nu)} \quad (5.12)$$

De forma similar se podrían expresar la componente radial y la tangencial. Puesto que la deformación se obtiene a partir del cambio que experimenta el espaciado reticular, ecuación (1.24), es posible sustituir los valores de deformación, según,

$$\sigma_i^{11} = \frac{1}{d_0} [A \cdot d_i^{11} + B \cdot (d_i^{22} + d_i^{33}) - (A + 2B) \cdot d_0] \quad (5.13)$$

En el caso de la aleación sin reforzar, aplicando directamente la ecuación de equilibrio en forma sumatoria:

$$\sum_i \frac{1}{d_0} \cdot [A \cdot d_i^{11} + B \cdot (d_i^{22} + d_i^{33}) - (A + 2B) \cdot d_0] \cdot |r_i| \cdot \Delta r_i = 0 \quad (5.14)$$

De la que se puede despejar el valor de d_0 :

$$d_0 = \frac{\sum_i [A \cdot d_i^{11} + B \cdot (d_i^{22} + d_i^{33})] \cdot |r_i| \cdot \Delta r_i}{(A + 2B) \cdot \sum_i |r_i| \cdot \Delta r_i} \quad (5.15)$$

Los valores de d_i de cada componente que aparecen en esta expresión se obtienen a partir de la representación de d frente al $\sin^2 \psi$, extrapolando los valores a 0 y 1.

El error en d_0 se ha considerado a partir de la expresión general de la propagación de errores [112],

$$\delta d_0 = \sqrt{\sum_i \left(\frac{\delta d_0}{\delta \alpha_i} \right)^2 \cdot \delta \alpha_i^2} \quad (5.16)$$

Donde α_i representa cada una de las variables de las que depende d_0 , que resulta,

$$\delta d_0 = \frac{\sqrt{\sum_i (A \cdot r_i \cdot \Delta r_i \cdot \delta d_i^{11})^2 + \sum_i [B \cdot (\delta d_i^{22} + \delta d_i^{33}) \cdot r_i \cdot \Delta r_i]^2}}{(A + 2 \cdot B) \cdot \sum_i r_i \cdot \Delta r_i} \quad (5.17)$$

En materiales compuestos, este cálculo es algo más complejo debido a la presencia de dos fases. Hay que tener en cuenta que la condición de equilibrio, ec. (5.9) se aplica a la tensión macroscópica, y ésta viene dada por la regla de las mezclas,

$$\sigma = (1 - f) \sigma_m + f \sigma_r \quad (5.18)$$

Podemos expresar las componentes de tensión en función del espaciado reticular,

$$\sigma_{i,11}^M = f \cdot \sigma_{i,ax}^{T,ref} + (1-f) \cdot \frac{A \cdot d_{i,11}^{Al} + B \cdot (d_{i,22}^{Al} + d_{i,33}^{Al})}{d_0^{Al}} - (1-f) \cdot (A + 2B) \quad (5.19)$$

Es necesario usar la tensión total en el refuerzo para el cálculo. Para calcularla, usamos el valor de d_0 obtenido experimentalmente en el refuerzo, ya sea carburo de silicio o alúmina. Se asume que por tratarse de materiales cerámicos, su estructura no se verá alterada por los tratamientos térmicos realizados. Aplicando la condición de equilibrio, expresión (5.9), y despejando el valor de d_0 :

$$d_0 = \frac{(1-f) \sum_i [A \cdot d_{i,11}^{Al} + B \cdot (d_{i,22}^{Al} + d_{i,33}^{Al})] \cdot |r_i| \cdot \Delta r_i}{(1-f) \cdot (A+2B) \cdot \sum_i |r_i| \cdot \Delta r_i - f \sum_i \sigma_{i,11}^{T,ref} \cdot |r_i| \cdot \Delta r_i} \quad (5.20)$$

Se obtiene un valor de d_0 a partir de las medidas a lo largo de un eje radial. Dado que procede de los valores experimentales en cada muestra, se debe calcular y aplicar a cada muestra separadamente. En la práctica, este valor de d_0 resulta ser, por imposición de la condición de equilibrio, el único que equilibra el perfil de tensión axial en la sección transversal de la muestra.

Como se ha visto experimentalmente, la tensión residual macroscópica adopta un perfil parabólico en muestras cilíndricas sometidas a un tratamiento de temple. Por tanto es analíticamente correcto considerar la variación de la tensión a lo largo de la sección transversal como una parábola. En concreto, para la componente axial, se puede escribir,

$$\sigma_{ax}^M = ar^2 + br + c \quad (5.21)$$

De forma que, al aplicar la condición de equilibrio,

$$\int_{-R}^R (ar^2 + br + c) \cdot r \cdot dr = 0 \quad (5.22)$$

Al ajustar los valores experimentales a la expresión, obtenemos los parámetros de una parábola centrada (simetría cilíndrica), en la que, $b=0$; el término de curvatura, a , es conocido; y el término independiente, c , se corresponde con el valor de la tensión macroscópica en el centro del cilindro. Al resolver la integral (5.22), es posible recalcular el valor del término independiente, y obtener el único resultado de c que cumple en realidad con la condición de equilibrio de la tensión axial, y que llamaremos $\sigma_{ax}^{M,*}$.

$$c = \sigma_{ax}^{M,*} = -\frac{a}{2} \cdot R^2 \quad (5.23)$$

Aplicando la ley de Hooke, ecuación (5.11), y expresando las componentes de deformación en función del espaciado reticular, ecuación (1.24), se obtiene una expresión de la que se puede despejar el valor de d_0 .

$$d_0 = \frac{A \cdot d_{11} + B \cdot (d_{22} + d_{33})}{\sigma_{ax}^{M,*} + A + 2B} \quad (5.24)$$

En este caso esta expresión es válida tanto para la aleación sin reforzar como para el material compuesto siempre que los valores de los parámetros a , b y c se obtengan del ajuste de la componente axial de la tensión macroscópica. El error de esta expresión se determina como:

$$\delta d_0 = \frac{\sqrt{A^2 \cdot \delta d_{11}^2 + B^2 (\delta d_{22}^2 + \delta d_{33}^2)}}{\sigma_{11}^{M,*} + A + 2B} \quad (5.25)$$

Para cada muestra en cada estado térmico existe un único valor que equilibra la tensión residual axial y que se debe calcular a partir de los valores de tensión a lo largo del eje radial. Así, para cada muestra de cada material, es posible obtener un valor del espaciado libre de tensión, que denominaremos d_0 de equilibrio para diferenciarlo del medido sobre muestras en polvo.

Con este desarrollo es posible realizar medidas precisas de la tensión residual bajo ciertos supuestos, sin necesidad de medir el espaciado de referencia en un material

equivalente “libre de tensión”, y evitar las complejidades que esto conlleva. Sin embargo es imprescindible realizar barridos de medidas a lo largo de la sección transversal, en ambas fases del material para el caso de un material compuesto. El alcance del desarrollo matemático realizado es válido únicamente en simetría cilíndrica. Sin embargo, el principio que lo soporta, es extrapolable a otras geometrías. Sería por tanto posible, desarrollar el cálculo en muestras de otras geometrías, si se dispone de las medidas adecuadas, y aplicando las ecuaciones de equilibrio correspondientes.

5.2.2 d_0 DE EQUILIBRIO FRENTE A d_0 EXPERIMENTAL

Se han encontrado diferencias significativas entre los valores de d_0 , medidos en diferentes materiales seleccionados para el estado “libre de tensión”. En la figura 5.4 se muestran de forma comparativa los valores de referencia para la aleación Al2014, involucrados en la medida de tensiones residuales. Estos corresponden a medidas en polvo, limaduras y los calculados a partir de la condición equilibrio de la tensión axial en muestras cilíndricas de W2A00A y W2A15A, para condiciones experimentales similares.

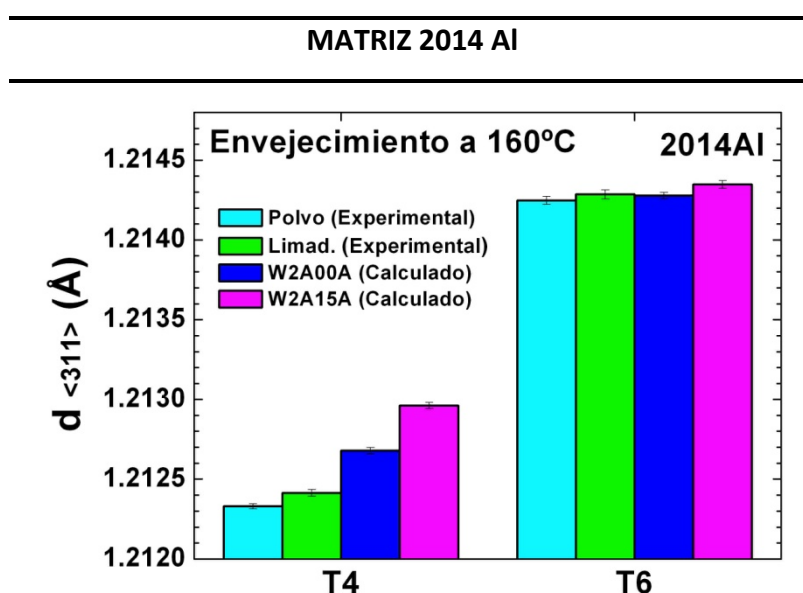


Figura 5.4 Comparación de los valores de d_0 de la reflexión 311 de Al, experimentales, en polvo de 2014Al comercial y limaduras de 2014Al, y los valores de d_0 de equilibrio determinados a partir de la distribución tensión residual macroscópica en W2A00A y W2A15A.

En T4 se encontró cierta disparidad entre los valores experimentales y los calculados. Los valores de d_0 de equilibrio calculados para las matrices de W2A00A y W2A15A (aleación y compuesto), también son diferentes entre sí en T4. Dado que el estado de precipitación tras el temple es similar en la matriz de ambos materiales, dicha diferencia puede estar más relacionada con las diferencias en CTE macroscópico entre ambos.

El tratamiento de envejecimiento desde T4 produce un aumento del valor de espaciado en la aleación 2014Al. En T6 los valores experimentales de referencia son muy similares a los calculados.

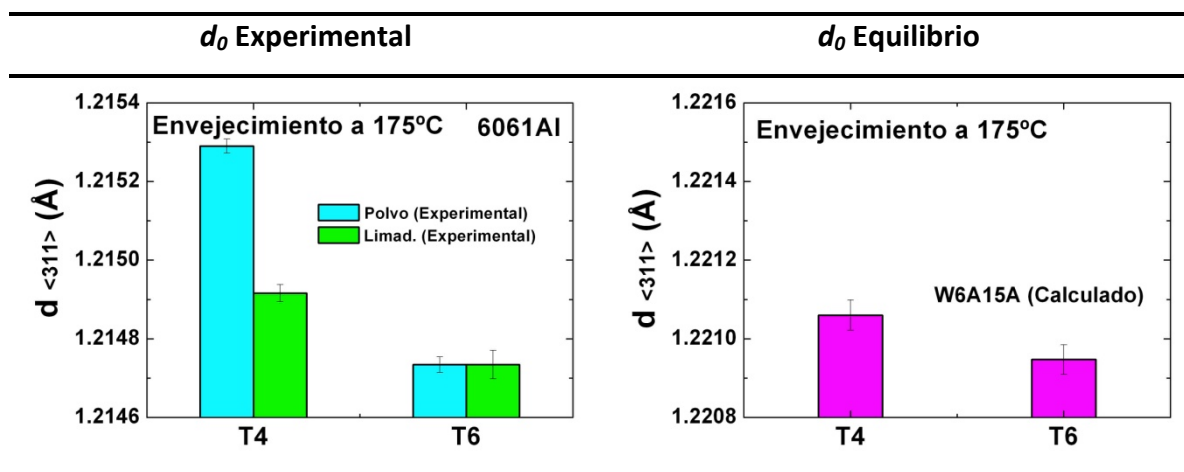


Figura 5.5 Comparación de los valores de d_0 de la reflexión 311 experimentales en polvo de 6061Al comercial y limaduras de 2014Al (Izquierda) y los valores de d_0 determinados a partir de la condición de equilibrio de la distribución de la tensión residual macroscópica en W6A15A (derecha).

La situación es diferente en los materiales basados en la aleación 6061 de colada. En estos no se ha podido comparar directamente los valores experimentales con los de equilibrio dado que éstos provienen de experimentos diferentes. Sin embargo, sí ha sido posible detectar cierta tendencia, que se muestra en la figura 5.5. En la parte izquierda de la figura se muestran los valores experimentales en polvo de Al6061 comercial, y en limaduras. En la parte de la derecha se muestran los valores de espaciado de red obtenidos a partir de los perfiles de tensión residual en el material compuesto W6A15A (valores de equilibrio).

En 6061Al el envejecimiento produce una disminución del espaciado reticular, al contrario que en 2014Al. Los valores experimentales en T4, figura 5.5 izquierda, son muy dispares, y tienden a igualarse con el envejecimiento hasta T6. Este comportamiento es similar al observado en 2014T. Variaciones de tamaño similares han sido reportadas previamente, en trabajos en los que se muestra la dependencia del parámetro de red con el contenido de elementos aleantes en solución [113].

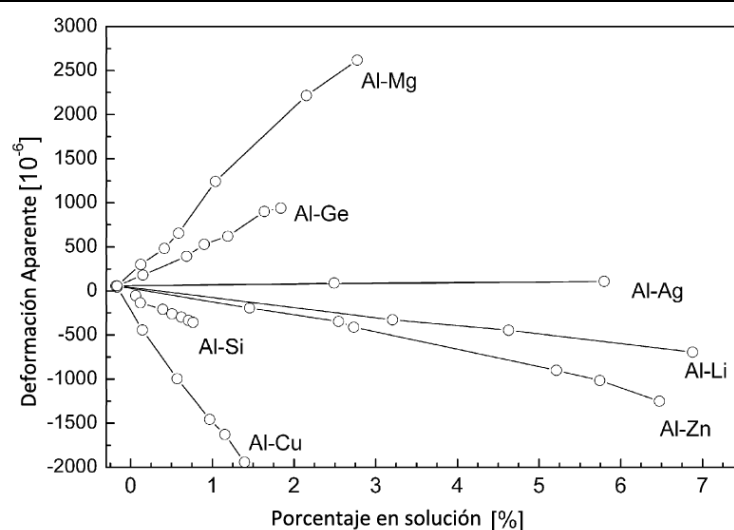


Figura 5.6 Variación del parámetro de red del aluminio para en función del contenido en diferentes elementos aleantes. Figura traducida del trabajo de Steuwer [113]

El parámetro de red del Al varía fuertemente con el contenido de aleantes, figura 5.6. Los resultados obtenidos en este trabajo están en muy buen acuerdo con el trabajo de Steuwer et al. Concretamente, el contenido en solución de Mg y Cu, tienen gran efecto sobre la red cristalina de aluminio. Concentraciones crecientes de Cu en la red de aluminio, tienden a contraer de la red, mientras que el Mg, tiende a expandirla. El Si tiene un efecto similar al Cu pero de forma menos acentuada. Durante el envejecimiento, el contenido en solución de estos elementos disminuye a medida que se produce la precipitación de segundas fases. Por tanto, el parámetro de red aumenta en la aleación 2014Al, y disminuye en 6061Al. En la figura 5.7 se compara la evolución de los valores experimentales, con la de los valores de d_0 de equilibrio tras diferentes tiempos de recocido a 250°C.

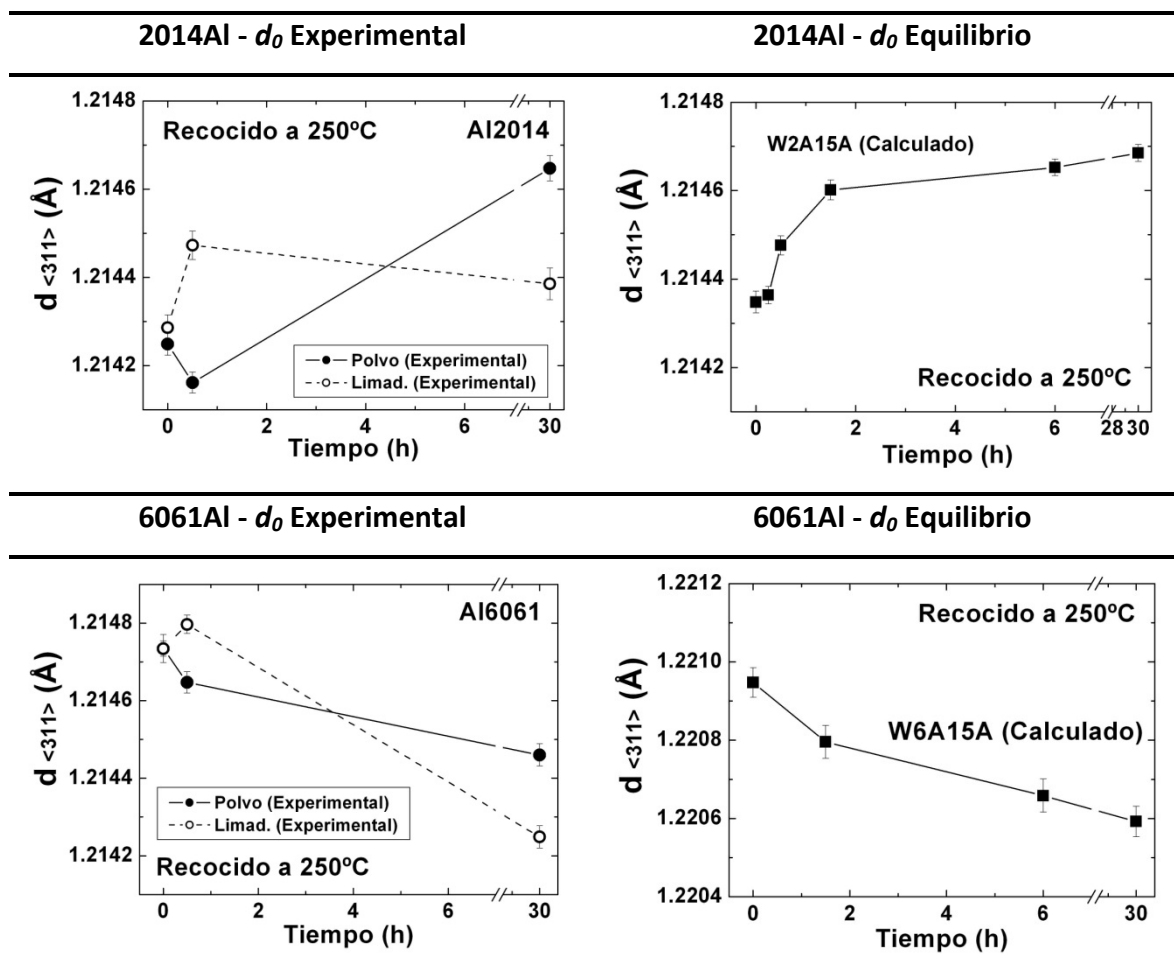


Figura 5.7 Evolución de d_0 con tratamiento de recocido el recocido a 250°C desde el estado térmico T6. A la izquierda se muestran resultados experimentales de d en materiales de referencia. A la izquierda se muestran los valores de d_0 calculados partir del equilibrio de la tensión axial.

En el estado T6, solamente una parte de aleante se encuentra precipitado, por lo que, tratamientos térmicos posteriores susceptibles de afectar el estado de precipitación, modificarían el valor de d_0 . En ambas matrices se produce evolución del espaciado reticular con el tratamiento de recocido. Dicha variación está en línea con lo observado tras el tratamiento de T4 a T6: aumento de d en la matriz de 2014Al y disminución en la de 6061Al. La variación no es lineal, sino que se produce de forma más acentuada a tiempos cortos y se va saturando a medida que el material sobrevejece y disminuye el contenido de elementos aleantes en solución.

A modo de recapitulación, resulta evidente que durante el envejecimiento, los valores experimentales de parámetro de red de los materiales seleccionados como los más adecuados para simular el “estado libre de tensión”, difieren en gran medida del valor

que tendrían que alcanzar en la práctica para cumplir con el principio de equilibrio de la tensión [105]. Por ejemplo, mientras que en el estado T6 los valores experimentales y calculados son muy similares entre sí, en estado T4 no lo son. Incluso las diferencias de CTE entre un material compuesto y la correspondiente aleación sin reforzar produce, en la práctica, diferencias significativas en el valor de d (figura 5.4). Por consiguiente, el uso del polvo de la aleación para la determinación de tensiones residuales en el material compuesto introduciría cierto error en los resultados. La simulación del estado de referencia libre de tensión mediante el uso del parámetro de red en materiales en polvo y limaduras tiene una utilidad limitada, y corresponde a cada problema particular, encontrar la solución más adecuada. Esto se ha logrado en el presente trabajo en muestras con simetría cilíndrica.

5.3 DISTRIBUCIÓN DE TENSIONES RESIDUALES.

5.3.1 TENSIÓN RESIDUAL MACROSCÓPICA

El estado de tensión residual procede de los tratamientos térmicos necesarios para llevar a los materiales estudiados al estado T4 (solubilización a alta temperatura seguido de temple en agua). Descrito de forma cualitativa, cuando el material se encuentra a la temperatura de solubilización se dilata, con lo que la red cristalina se expande. El rápido enfriamiento por el temple, genera una situación en la que prácticamente en el mismo instante las regiones más externas contraen por el súbito cambio de temperatura y el elevado CTE de los metales. Sin embargo las regiones internas no tienen tiempo de contraer y permanecen dilatadas. Como consecuencia, con el fin de alcanzar una compatibilidad mecánica, las regiones externas producen una deformación plástica de contracción en las zonas internas, de menor resistencia mecánica al estar a temperatura más elevada. Esta situación progresa a medida que el frente térmico avanza rápidamente hacia el interior del material. Lógicamente, el resultado final es la generación de una tensión residual macroscópica que varía a través del material y cuyo perfil dependerá de la forma externa de la muestra. A partir del avance del choque térmico y de diversas características del material, tales como la conductividad y el coeficiente de expansión térmica, se pueden encontrar en la literatura predicciones del

estado de tensión residual macroscópico en muestras con geometría cilíndrica [105]. Dichas predicciones describen el perfil de tensión residual en geometría cilíndrica de la forma descrita esquemáticamente en la figura 5.8.

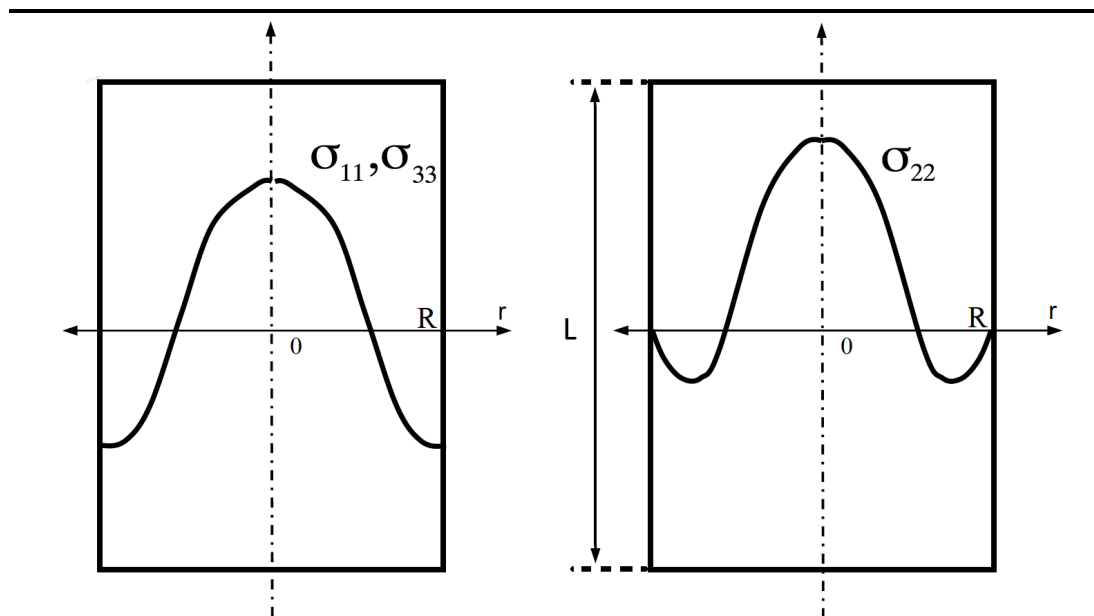


Figura 5.8 Descripción cualitativa del perfil de las componentes principales de tensión residual macroscópica en simetría cilíndrica. [88]

Por medio de métodos numéricos y análisis por elementos finitos, algunos autores [8] han encontrado que la distribución de tensión residual debida al temple en un material de características con comportamiento elasto-plástico, se genera durante las primeras etapas del mismo. Así mismo, estos estudios corroboran, con ligeras diferencias, la forma de los perfiles de tensión que adoptan las componentes principales.

Gracias a los resultados de SRD mostrados en este trabajo, se ha puesto de manifiesto de forma experimental que, efectivamente, el choque térmico en los materiales estudiados, y en muestras de geometría cilíndrica, genera un perfil de tensión residual cuyas componentes principales se distribuyen de forma parabólica a lo largo de un eje radial, y de forma simétrica al eje longitudinal del cilindro.

Estos resultados están en línea con las predicciones teóricas y analíticas en cuanto al signo de la tensión en cada punto del material. La distribución de la tensión es tal que las

regiones centrales del cilindro se encuentran en tracción ($\sigma > 0$), y va progresivamente cambiando de signo a lo largo del radio, hasta las regiones cercanas a la superficie que, se encuentran en compresión ($\sigma < 0$). Sin embargo los perfiles de tensión encontrados no son sinusoidales como las predicciones matemáticas realizadas por Sen et al.[8], sino que se han descrito con relativa precisión por medio de ajustes parabólicos.

En muestras de geometría cilíndrica, de longitud, L , significativamente superior al radio, R , el gradiente de tensión axial es mucho más acusado que el radial o el tangencial. En ausencia de tensión aplicada, la condición de equilibrio de la componente axial, impone que ésta debe equilibrarse a lo largo del eje radial para satisfacer la expresión (5.9) [103].

La componente tangencial varia en el mismo sentido que la axial, de tracción en el centro de los cilindros y de compresión hacia los extremos. Sin embargo, su magnitud es inferior a la axial en todos los casos. Este comportamiento está en buen acuerdo con el descrito por las predicciones numéricas [8]. En cuanto a la componente radial, ésta ha de ser, por simetría, igual a la tangencial en el centro del cilindro. Además, debe ser nula en la superficie. En este sentido existe cierta discordancia entre las predicciones cualitativas, figura 5.8 y las de elementos finitos [8], ya que las primeras predicen una transición de tracción a compresión, desde el centro del cilindro, para después anularse en los extremos. Las segundas describen una variación más atenuada desde el centro, sin pasar por compresión. En la práctica, los resultados experimentales muestran que la componente radial sigue en general una tendencia más similar a la predicha por elementos finitos.

En el material E219 se aprecia un comportamiento anómalo de la tensión macroscópica. Las componentes radial y tangencial de este material se encuentran en su totalidad en valores negativos, figura 4.2. Este comportamiento también se ha observado en los estados térmicos T6 y OA. Sin embargo, desde un punto de vista físico, en el estado sobre-envejecido (OA) resulta imposible una relajación total de la componente axial, coincidentes con unas componentes radial y tangencial no nulas y constantes a lo largo

del eje radial. Sería más razonable, sin embargo que las componentes radial y tangencial tendieran a relajarse también tal como sucede en otros materiales. Este comportamiento parece en realidad un desplazamiento de estas dos componentes de tensión hacia valores negativos. La explicación que se argumenta a continuación permite atribuir esto a un error instrumental. Éste fue provocado por un cambio en la energía del haz entre los dos montajes instrumentales que se realizaron por separado, para abarcar la amplitud total de giro en ψ , necesaria para aplicar el método del $\sin^2 \psi$ (ver capítulo 2 para mas detalles sobre el montaje experimental). Los valores de la componente axial, en realidad coinciden con el primer montaje ($\psi=0$), mientras que las componentes radial y tangencial, se interpolan para valores medidos en el segundo montaje ($\psi=90^\circ$). Dado que el valor de referencia se ha obtenido a partir del equilibrio de la componente axial, la aparición de un desplazamiento neto de las curvas radial y tangencial sugiere como causa más probable una ligera variación en la energía del haz, durante la medida del segundo montaje, que no tuvo lugar exactamente en el mismo turno de medida que la axial. Estas variaciones pueden ocurrir entre diferentes turnos o “shifts” del sincrotrón [91]. La variación de energía implica ligeras diferencias en la longitud de onda, y esta a su vez, en el ángulo de difracción medido de acuerdo a la Ley de Bragg (ec.1.21).

En las aleaciones monolíticas se ha partido de la premisa de que la tensión total presente en los materiales es de tipo I o macroscópica, generada en su totalidad por el tratamiento de temple. Esta premisa resulta en general válida, si se asume que las posibles tensiones microscópicas que pudieran estar originadas por precipitados de segundas fases, o bien intergranulares, son de magnitud despreciable frente a la macroscópica. En los materiales compuestos se asume que la tensión total es debida a la suma de la tensión macroscópica, generada por el tratamiento de temple, y una tensión microscópica que varía a la escala de la microestructura y que está originada por el desajuste entre la matriz y el refuerzo, debido a que tienen un CTE muy diferente. En este sentido, al igual que en el caso de las aleaciones monolíticas, no se considera una contribución significativa de tensiones debidas a la presencia de precipitados de segundas fases. Resulta útil recurrir a la descripción del estado tensional que suministran los conceptos de tensión hidrostática y tensión deviatora axial (referida simplemente

como deviadora), ecuaciones 1.31 y 1.32, respectivamente. La tensión hidrostática permite una comparación sencilla del nivel de tensión entre dos muestras o estados diferentes. La deviadora permite además caracterizar la predominancia de la componente axial sobre el conjunto. En la figura 5.9 se muestran de forma comparativa las variaciones de las tensiones hidrostática y deviadora macroscópicas; para las aleaciones a la izquierda, y para los materiales compuestos a la derecha. Se ha mantenido el fondo de escala entre aleaciones y compuestos para una mejor comparación entre los dos tipos de materiales. Así mismo, se han representado los valores de tensión frente a la distancia radial normalizada para poder comparar las muestras con diferentes tamaños. En el material E219, se ha calculado el valor medio del desplazamiento de las componentes radial y tangencial respecto de la axial en estado completamente relajado, para eliminar el efecto del error instrumental arriba descrito y poder recalcular así la tensión hidrostática, a partir de valores compensados de las componentes radial y tangencial.

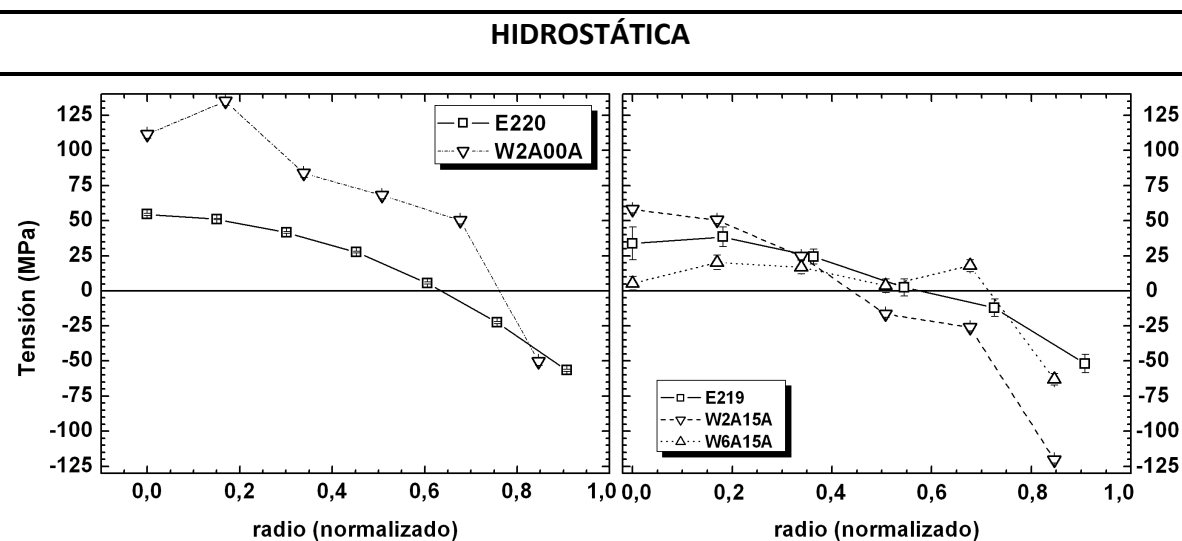


Figura 5.9 Tensión hidrostática a lo largo de la distancia radial normalizada en las aleaciones (izquierda) y en los materiales compuestos (derecha)

En las aleaciones, figura 5.9 izquierda, la tensión hidrostática es positiva (tracción) en el centro de los cilindros, y disminuye progresivamente con la posición radial hasta cambiar de signo (compresión) en las regiones más cercanas a la superficie. Este comportamiento está en acuerdo con los cálculos por elementos finitos realizados por Sen et al. [8], así

como con observaciones realizadas por Robinson et al. [116], Bruno et al. [108], Fernández et al [101] y Fitzpatrick [117].

En los materiales compuestos, el perfil de tensión hidrostática presenta una forma similar a las aleaciones, sin embargo, el gradiente entre centro y extremos del cilindro es menor. Estos efectos se visualizan de forma más clara si se comparan los ajustes parabólicos de los datos experimentales, tal como se recogen en la figura 5.10. En la tabla 5.1 a su vez, se recogen los incrementos de tensión entre el centro y la superficie, extrapolados a valores de radio normalizado 0 y 1, mediante los respectivos ajustes parabólicos.

HIDROSTATICA – AJUSTES PARABÓLICOS

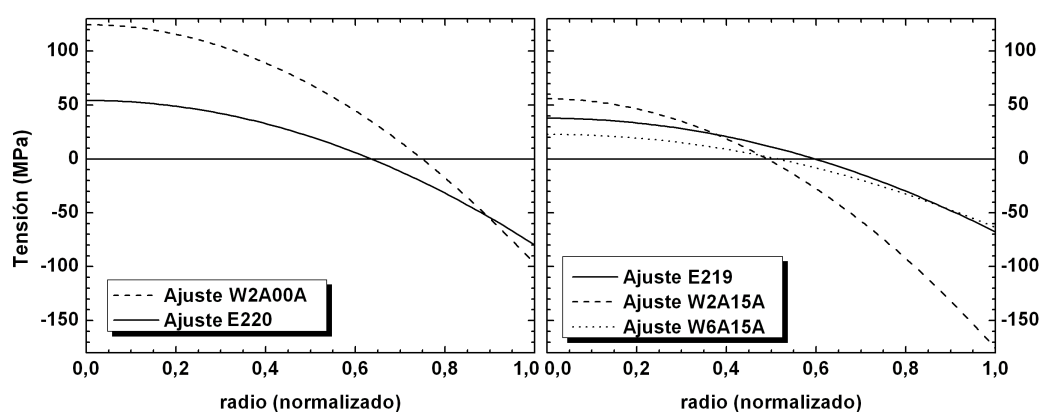


Figura 5.10 Perfiles parabólicos por ajuste de los datos experimentales de tensión macroscópica hidrostática a lo largo de la distancia radial normalizada en las aleaciones (izquierda) y en los materiales compuestos (derecha)

En los materiales E220 y E219 (pulvimetalúrgicos) hay una excelente correlación de los datos experimentales al ajuste parabólico, en especial en E220. Por este motivo, los parámetros de ajuste en estos casos arrojan unos valores extrapolados de tensión con errores muy bajos. En el resto de materiales, aunque la tendencia es clara, existe una mayor dispersión de algunos resultados, que ha derivado en valores de error elevados sobre todo en W6A15A.

Material	Denominación	σ_{hid}^M (MPa)
Al6061	E220	134(1)
Al6061-15 vol% SiC _(w)	E219	106(8)
Al2014	W2A00A	222(37)
Al2014-15 vol% Al ₂ O ₃ _(p)	W2A15A	232(27)
Al6061	W6A00A	-
Al6061-15 vol% Al ₂ O ₃ _(p)	W6A15A	88(41)

Tabla 5.1 Valores de tensión macroscópica hidrostática (σ_{hid}^M) tras el temple (T4). Diferencia de tensión entre el centro ($r=0$) y la superficie ($r=R$) de las muestras. El error se muestra entre paréntesis.

En materiales policristalinos, una señal de difracción aceptable requiere que el tamaño de grano sea suficientemente pequeño en comparación con las dimensiones del haz como para tener una población de granos suficientemente representativa. La distancia interplanar, medida a partir de la mayor intensidad difractada en una posición angular determinada, no es más que el valor medio de los valores medidos en los granos encerrados en el volumen de medida. Un tamaño de grano demasiado elevado en relación con las dimensiones del haz, empobrece la estadística, produciendo un aumento de la dispersión entre medidas a lo largo del giro en ψ , lo que en este caso impide una interpolación rigurosa del $\sin^2 \psi$, ver descripción en capítulo 1.

Tengamos en cuenta además la tensión desviadora, cuyos perfiles para los diferentes materiales se muestran en la figura 5.11. La tensión desarrollada en las aleaciones es predominantemente axial, sobre todo en la aleación W2A00A. Esto tiene sentido ya que las condiciones de contorno imponen que el flujo plástico, derivado de la súbita contracción asociada al temple, se propaga principalmente a lo largo del eje axial del cilindro. A lo largo de esta dirección la contracción y dilatación no está restringida. En las direcciones radial y tangencial, sí lo estarían por las condiciones de contorno.

El efecto del refuerzo sobre la magnitud y distribución de la tensión desviadora macroscópica en los materiales compuestos es evidente a tenor de las curvas de esta figura. En E219 y W6A15A ésta es prácticamente constante con la distancia radial. En W2A15, aunque exhibe cierto carácter axial en el centro, la variación a lo largo del eje del eje radial es mucho más suave que en la aleación correspondiente (W2A00A).

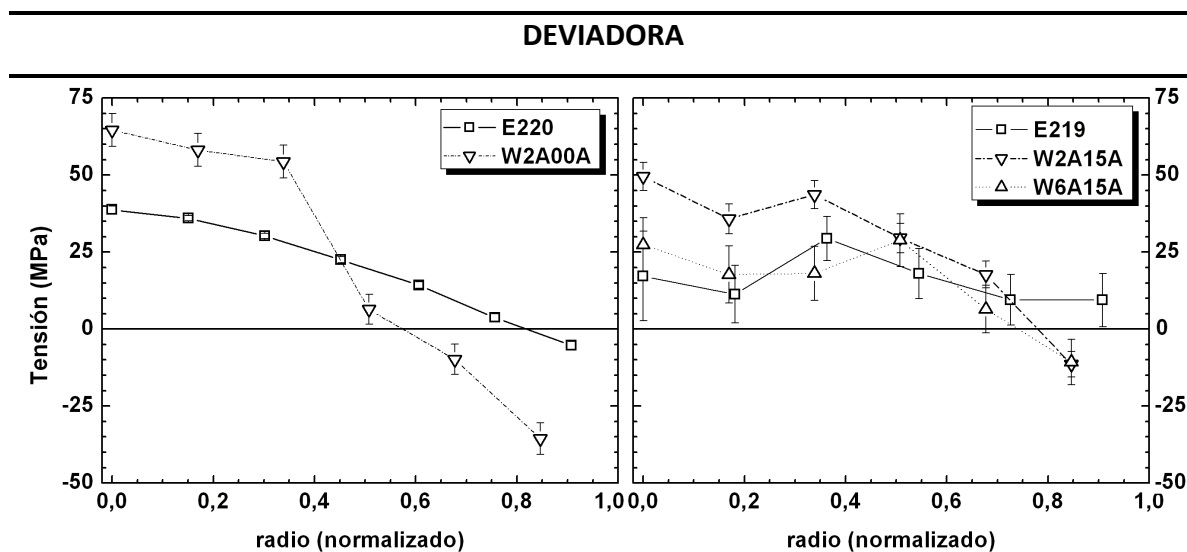


Figura 5.11 Tensión macroscópica deviatora a lo largo de la distancia radial normalizada en las aleaciones (izquierda) y en los materiales compuestos (derecha)

Esto equivale a que el refuerzo produce un efecto amortiguador sobre la generación de la tensión residual macroscópica, que hace que el perfil de tensión hidrostática generada en los materiales compuestos tienda a suavizarse respecto a las aleaciones. Por consiguiente, el refuerzo introduce una condición local de contorno adicional sobre el material que da lugar a una redistribución de la deformación (asociada a la contracción impuesta por el temple) en los materiales compuestos. Esto se traduce en una tensión residual más compensada entre las tres componentes principales, y por ende, de carácter más hidrostático.

Efecto del tamaño de muestra

En los experimentos realizados para determinar la influencia del tamaño del cilindro sobre la magnitud del perfil de tensión residual generado, se ha puesto de manifiesto que cuanto mayor es el tamaño de la muestra, mayor es el gradiente de tensión que se genera por temple. Concretamente, al pasar de muestras de $L = 40$ mm y $R = 3,25$ mm a muestras de $L=40$ mm y $R = 6,5$ mm (aumento del 100% en el radio), se han encontrado incrementos del valor de tensión en el centro de ($R = 0$) alrededor del 70% en la componente axial, 150% en la radial, y 140% en la tangencial.

La componentes más afectadas por el aumento del radio de la muestra son la radial y la tangencial. La componente axial también aumenta, aunque de forma menos acusada que las otras dos. Este comportamiento está en buen acuerdo con los resultados numéricos obtenidos mediante análisis por elementos finitos por Schröder [118].

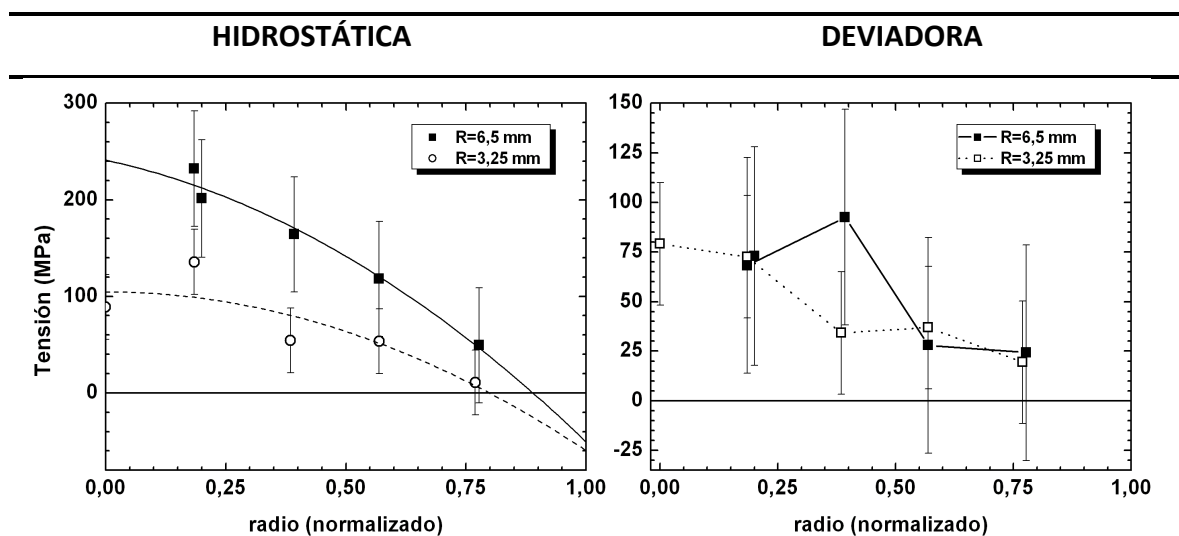


Figura 5.12 Variación con la distancia radial normalizada de la tensión residual macroscópica hidrostática (izquierda) y deviatora (derecha) en la aleación 2014Al (W2A00A) a dos tamaños diferentes de muestra $R = 3,25$ mm y $R = 6,5$ mm ($L = 40$ mm en ambas).

En la figura 5.12 se muestran los valores de tensión hidrostática y deviatora con la distancia radial normalizada, de forma análoga a los casos anteriores. Es notable el efecto del tamaño de la muestra sobre la magnitud de la tensión hidrostática. Atendiendo el valor de la diferencia de tensión entre centro y superficie del cilindro, un incremento del 100% en el radio de la muestra (de 3,25 a 6,5 mm), da lugar a un 75% de aumento de la tensión hidrostática macroscópica. Esto pone de manifiesto que las dimensiones de la muestra tienen una importante influencia en la magnitud del perfil de tensión hidrostática generado por el temple.

Sin embargo, la tensión deviatora apenas se ve afectada por el aumento en el radio de las muestras, es decir, la relación entre las componentes de tensión desarrolladas se mantiene proporcional e independiente de las dimensiones del componente templado, figura 5.12.

Efecto del Coeficiente de Expansión Térmica

Otro de los factores principal en las tensiones residuales observadas, es la diferencia en CTE de los materiales estudiados. La contracción asociada al temple se puede describir en función del coeficiente de expansión térmica, α [105, 119],

$$\varepsilon = \alpha \cdot \Delta T \quad (5.27)$$

La diferencia encontrada en el CTE en enfriamiento entre las aleaciones, apenas un 4%, no resulta un factor determinante para las diferencias de tensión en ambas, en comparación con el efecto del tamaño de muestra. No así las diferencias entre cada aleación y el material compuesto. El CTE del material compuesto es inferior al de la aleación, concretamente un 14% en el caso de W2A00A y W2A15A, y de un 22% en el caso de E220 y E219. Las diferencias en la tensión macroscópica encontradas entre las aleaciones y los compuestos se atribuyen en gran medida a las diferencias en el CTE [108]. El CTE medido en los materiales compuestos, es consecuencia de la contribución de las propiedades térmicas de cada fase por separado. Ashby propone que el CTE de un material compuesto estará dentro de un intervalo de valores, que puede ser predicho a partir de los CTE de sus fases constituyentes por separado, pero también de sus constantes elásticas (E y ν) de forma proporcional a la fracción de cada una de ellas [120]. En la tabla 5.2 se recogen los valores del intervalo teórico según Ashby, por medio de las ecuaciones de Levin [121] y Schapery [122], así como el valor experimental obtenido para los tres materiales compuestos, que están dentro del intervalo de valores teóricos en cada caso.

Material	Denominación	CTE ^{Teórico} ($\times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$)	CTE ^{Exp} ($\times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$)
Al6061-15 vol% SiC _(W)	E219	[16 – 27,2]	21,3(0,3)
Al6061-15 vol% Al ₂ O ₃ (P)	W2A15A	[18,2 – 27,0]	24,3(0,2)
Al2014-15 vol% Al ₂ O ₃ (P)	W6A15A	[17,7 – 26,1]	22,9(0,4)

Tabla 5.2 Predicciones teóricas del CTE y valores experimentales del CTE de los materiales compuestos.

Efecto de las propiedades mecánicas de la matriz

El valor de límite elástico es un factor importante en la magnitud de la tensión residual macroscópica desarrollada por el temple. La matriz con mayor límite elástico acumulará mayor deformación elástica, y por tanto más tensión [104].

El efecto es evidente al comparar los materiales compuestos W2A15A y W6A15A. Ambos tienen el mismo tipo y volumen de refuerzo. Se han sometido al mismo tratamiento térmico, T4, sobre muestras del mismo tamaño. El límite elástico de W2A15A es un 57% superior al de W6A15A, ver tabla 3.5 (en el capítulo 3). La tensión residual macroscópica acumulada por el temple en W2A15A es 2,5 veces superior a la de W6A15A, lo que pone de manifiesto el papel de las propiedades mecánicas sobre la magnitud de la tensión residual generada en uno y otro material por efecto del mismo tratamiento.

5.3.2 TENSIÓN RESIDUAL MICROSCÓPICA

Los resultados de tensión residual microscópica obtenidos en la matriz de los materiales compuestos muestran una distribución en la que las tres componentes principales de tensión son muy similares entre sí, ver figura 4.2 (en el capítulo 4). Esto implica que el estado de tensión microscópica resulta prácticamente hidrostático independientemente de la distancia radial.

La figura 5.13 muestra los resultados de tensión microscópica en términos de las tensiones hidrostática y deviatora en la matriz en los tres materiales compuestos estudiados, E219, W2A15A y W6A15A, en función de la distancia normalizada al centro de la muestra.

La tensión microscópica es de tracción en la matriz de los tres materiales compuestos. El material compuesto E219 es el que presenta la mayor tensión de los tres, unos 60 MPa. Una característica interesante es que la tensión en este material resulta constante con la distancia radial. W2A15A presenta un valor de unos 40 MPa, en el centro del cilindro, y disminuye con la distancia hasta alcanzar unos 10 MPa en las regiones más próximas a la

superficie del cilindro. W6A15A presenta un valor también constante de unos 30 MPa, alrededor de la mitad del de E219. Por otro lado, en todos los casos la tensión deviadora es muy baja y se mantiene constante con la posición, lo cual pone de manifiesto que las tensiones microscópicas son predominantemente hidrostáticas.

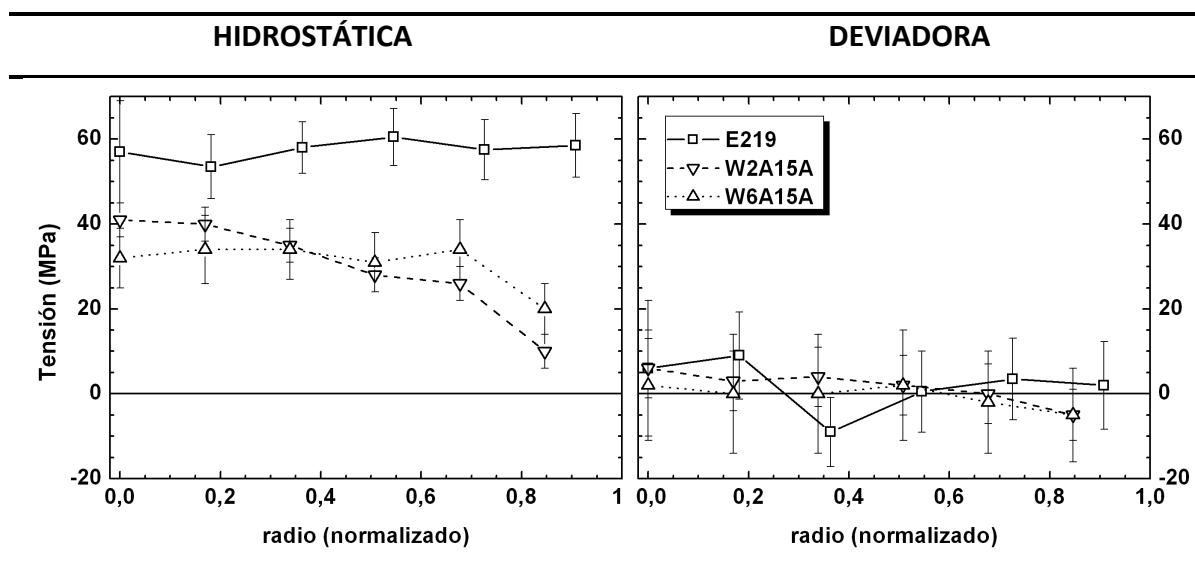


Figura 5.13 Variación con el radio normalizado de la tensión residual microscópica hidrostática (izquierda) y deviadora (derecha).

En el material E219, la uniformidad de la tensión microscópica a lo largo de la sección transversal, r , está en buen acuerdo con que su origen es el desajuste inducido térmicamente por las diferencias de CTE [75,158-160]. Dicho desajuste tiene lugar a nivel de la inter-fase matriz-refuerzo, y por consiguiente, debe ser constante con la microestructura e independiente del tamaño y/o forma de la muestra. Por otro lado, la similitud encontrada entre las tres componentes, podría resultar, hasta cierto punto sorprendente debido a la relación de aspecto de los whiskers de SiC (2,5:1), tabla 3.1 (en el capítulo 3). Sin embargo, dicha relación de aspecto es la práctica, bastante baja, ver figura 3.3 para E219. Resultados de Fernández et al. [101] ponen de manifiesto que el carácter deviator resulta más intenso en materiales compuestos con mayor relación de aspecto de los whiskers. La relación de aspecto del SiC en E219 no es suficientemente elevada como para que la tensión microscópica desarrolle alguna componente de tensión de forma preferencial. Resultados obtenidos por otros autores [108] muestran también valores bajos de micro-tensión deviadora en este material. Los resultados

obtenidos en este trabajo, están pues en consonancia con la baja textura encontrada en el refuerzo [96].

Efecto del desajuste térmico y plástico

La relación entre los CTE de las fases constituyentes en E219 es de 7:1 ($27,4 \times 10^{-6} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$ para la aleación 6061Al, y $4 \times 10^{-6} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$ del SiC). En los materiales W2A15A y W6A15A, reforzados con alúmina, esta relación es de 4:1 (considerando el CTE de la alúmina como $8 \times 10^{-6} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$). La mayor micro-tensión desarrollada en la matriz, es del todo consistente con una mayor diferencia entre el CTE entre fases, $\Delta\alpha$. Si se analiza el desajuste térmico mediante una aproximación del modelo de Eshelby [45], la micro-tensión que se genera en cada fase puede escribirse como,

$$\begin{aligned}\sigma_{Al}^{mTh} &= B_{ij}^{Al} \cdot \Delta\alpha\Delta T, \text{ y} \\ \sigma_{ref}^{mTh} &= B_{ij}^{ref} \cdot \Delta\alpha\Delta T\end{aligned}\tag{5.28}$$

Donde $\Delta\alpha\Delta T$ es la expansión térmica, y los parámetros B_{ij} de cada fase reflejan la influencia de la relación de aspecto de las partículas, la fracción en volumen de refuerzo y las constantes elásticas de las fases. Para un ΔT constante entre ambos materiales, y parámetros B_{ij} similares (misma fracción de volumen, y relación de aspecto y constantes elásticas similares), el término relevante de la tensión micro por desajuste térmico es precisamente $\Delta\alpha$. Si recurrimos a una comparación sencilla, con los valores de CTE que se muestran en capítulo 3, $\Delta\alpha$ entre matriz y refuerzo en E219 es aproximadamente un 30% superior al de W2A15A y W6A15A. Sin embargo, la tensión microscópica en la matriz de E219 es un 50% superior a las de los otros dos materiales compuestos (tomada como la tensión media a lo largo del eje diametral). Por tanto, es esperable que en W2A15A y en W6A15A puedan existir más contribuciones a la micro-tensión, aparte del desajuste térmico.

En cuanto al desajuste inducido plásticamente, en principio se considera que, en ausencia de deformación plástica, no existe tal contribución. El temple al que se han

sometido las muestras no supone una deformación plástica tal que contribuya a la tensión residual [123]. Cualquier posible contribución anterior por efecto del procesado (i.e. extrusión) quedaría eliminada por efecto del tratamiento térmico de solubilización.

Efecto de la microestructura

Algo que a priori no toma en cuenta la aproximación realizada por el modelo de Eshelby, de acuerdo a la ecuación 5.28, es que pese a que la fracción en volumen de refuerzo es la misma en los tres materiales compuestos, el tamaño de partícula no lo es. En los materiales W2A15A y W6A15A el tamaño de partícula de alúmina es, respectivamente, 7 y 9 veces superior al tamaño medio de los whiskers de SiC de E219, ver figura 3.3 y tabla 3.1 en el capítulo 3. Se puede argumentar que cuanto mayor sea el tamaño de partícula, menor será la superficie efectiva de intercara, y mayor la distancia entre partículas. Desde un punto de vista cualitativo se puede inferir entonces que en W2A15A y W6A15A, el volumen de matriz “no afectado” por el desajuste matriz-refuerzo, es superior. En estas zonas, es esperable que la tensión microscópica sea nula o muy inferior a las regiones adyacentes al refuerzo [50,128]. Hay un mayor gradiente en la tensión microscópica.

En la práctica el valor de la tensión microscópica determinado por ND ó SRD corresponde a la media del valor de la tensión sobre el volumen de medida, por lo que sería lógico esperar que la tensión microscópica fuera menor en los materiales IM, con menor superficies efectiva de intercara, y mayor distancia entre partículas, que en un material con menor distancia entre regiones desajustadas térmicamente, como es el caso de E219.

Sin embargo, este argumento, aunque explica en parte el menor nivel de tensión microscópica de los materiales IM, no resulta por sí solo, suficiente para explicar el ligero gradiente de tensión residual con la distancia radial observado en los materiales W2A15A, figura 5.13.

Contribución del desajuste elástico

Algunos autores [59,87,123] describen un término de contribución a la tensión residual microscópica debida al desajuste elástico, que refleja el reparto de la carga entre la matriz y el refuerzo, cuando se aplica un esfuerzo externo. Si se considera la tensión macroscópica como tal esfuerzo aplicado, entonces se puede considerar esta contribución adicional del desajuste elástico, que se podría predecir usando del modelo de Eshelby [45] según,

$$\sigma_{Al}^{mE} = B_{ij}^{Al} \cdot \sigma^I \quad (5.29)$$

Donde B_{ij} representa los mismos parámetros descritos en la contribución del desajuste térmico, que tienen en cuenta la relación de aspecto del refuerzo, su fracción de volumen y las constantes elásticas de ambas fases. σ^I es la tensión macroscópica, común a ambas fases. La contribución del desajuste elástico resulta entonces proporcional a esta última en cada fase y en cada posición radial. Por tanto, daría cuenta del ligero gradiente de tensión microscópica observado en W2A15A y W6A15A.

El material W2A15A en la figura 5.11 derecha, exhibe el mayor valor de tensión macroscópica en el centro de la muestra, y disminuye abruptamente hacia valores de tensión de compresión. Esto es consistente con que la contribución del desajuste elástico a la micro tensión en este material sea la más importante, y que adicionalmente introduzca cierto gradiente con la distancia radial. En los materiales E219 y W6A15A, no se aprecia claramente esta contribución por dos motivos:

- El valor de tensión macro, que actúa como carga externa para el desajuste elástico, es sensiblemente menor que en W2A15A
- El gradiente de tensión macroscópica con la distancia radial es menor.

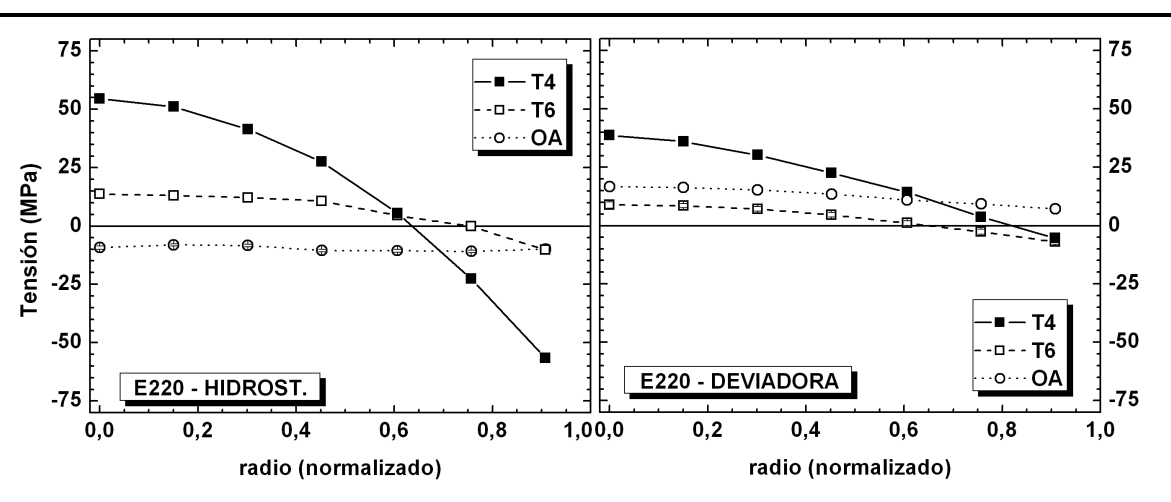
5.4 EFECTO DEL TRATAMIENTO TÉRMICO SOBRE LA DISTRIBUCIÓN DE TENSIONES

Los resultados experimentales, figura 4.4 en el capítulo 4, muestran claramente la relajación con los tratamientos térmicos de la tensión residual generada por temple. No todas las tensiones (macro o tipo I, y micro o tipo II) evolucionan del mismo modo frente al tratamiento térmico. En esta sección se discutirá la variación de cada una de estas tensiones, en relación a las características microestructurales de los diferentes materiales.

5.4.1 EFECTO DEL TRATAMIENTO TÉRMICO SOBRE LA TENSIÓN RESIDUAL MACROSCÓPICA

Los perfiles de tensión residual macroscópica evolucionan en todos los casos estudiados con el tratamiento de T4 a T6 y de T6 a OA. Para la discusión de estos resultados, se ha recurrido también a la descripción de los perfiles de las tensiones residuales hidrostática y deviadora.

En las figuras 5.14 y 5.15 se muestran dichos perfiles, en los tres estados térmicos, T4, T6, y OA, para las aleaciones y los materiales compuestos respectivamente.



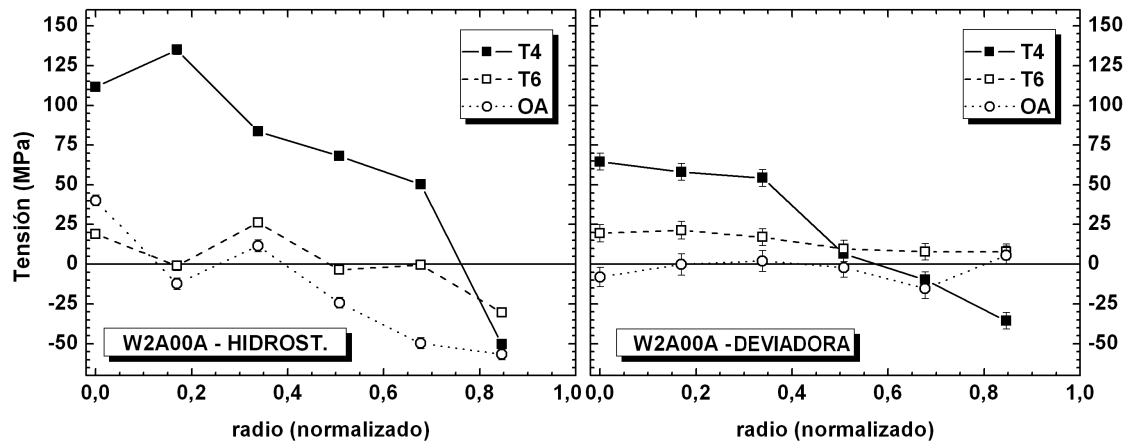
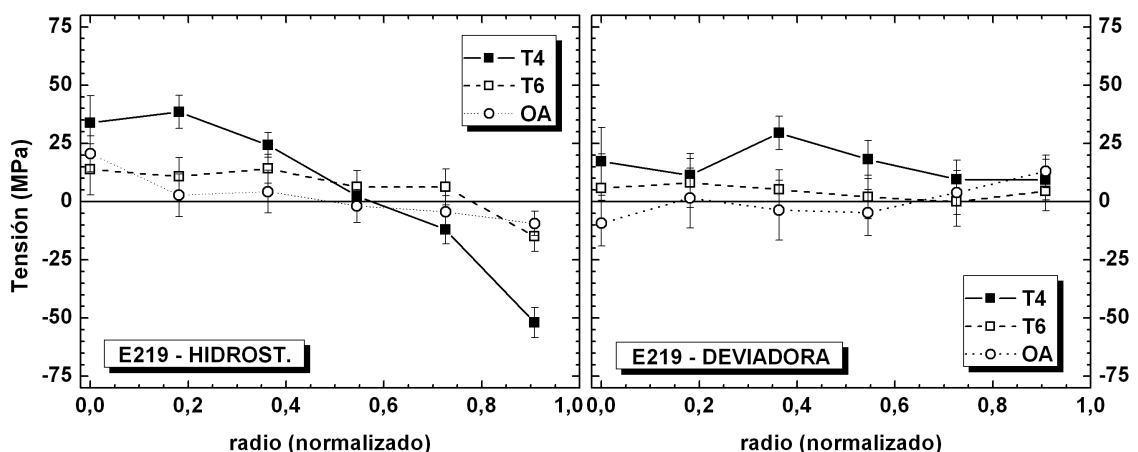


Figura 5.14 Tensión residual macroscópica tras sucesivos tratamientos a T6 y a OA, en las aleaciones monolíticas E220 y W2A00A

Los perfiles de tensión hidrostática (izquierda en las figuras) en T6, resultan sensiblemente más suaves que los observados en el estado T4. Este comportamiento revela que el tratamiento de envejecimiento que da lugar al estado T6 (capítulo 2) provoca una relajación importante de la tensión macroscópica acumulada por el temple. En el estado térmico sobre-envejecido, OA, los perfiles obtenidos son aún más atenuados que los de T6, de hecho, resultan prácticamente planos, lo que evidencia una ligera relajación posterior de la tensión remanente en T6.

La tensión deviatora macroscópica (derecha en las figuras 5.14 y 5.15) también relaja por efecto de los tratamientos térmicos. El tratamiento a T6 la reduce casi totalmente. Ésta termina de desaparecer con el recocido a OA.



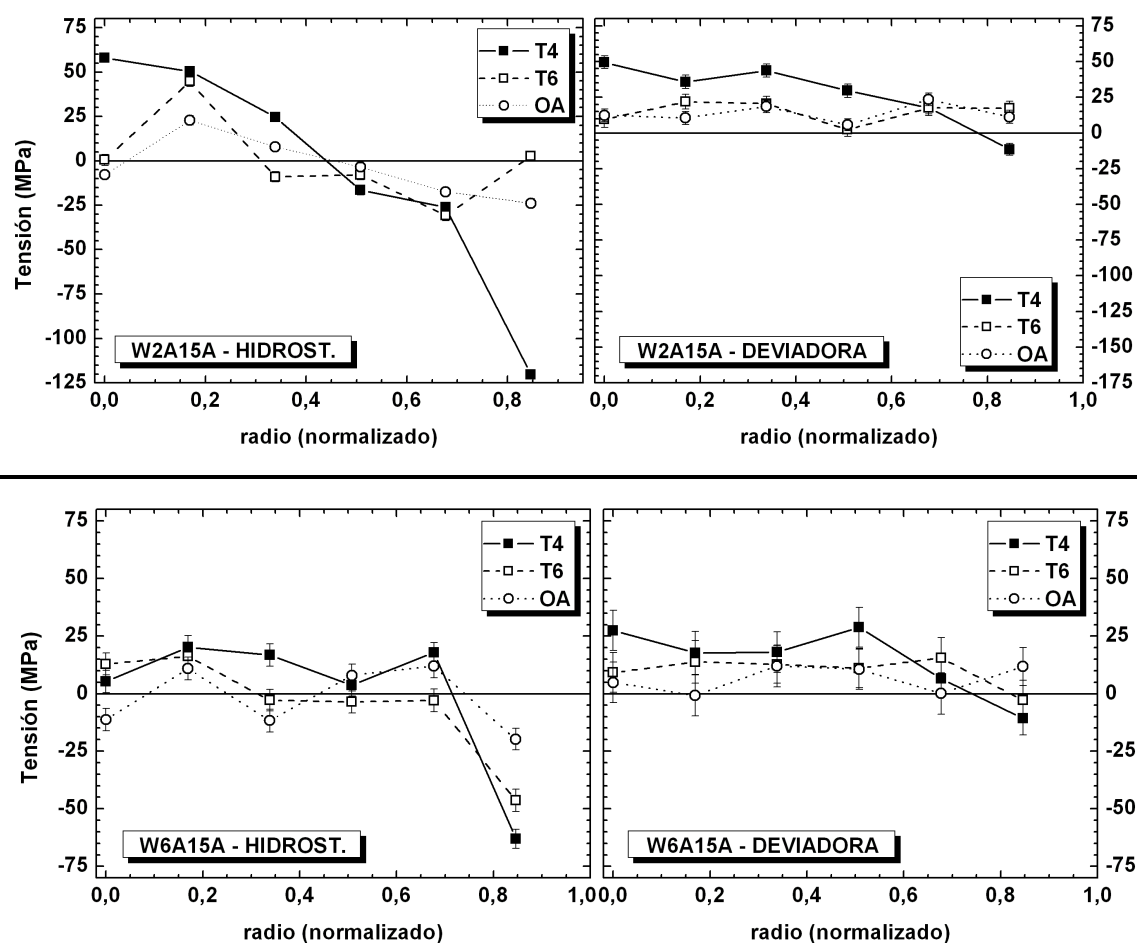


Figura 5.15 Tensión residual macroscópica en los materiales compuestos tras sucesivos tratamientos a T6 y a OA

La relajación de tensión está asociada con el movimiento y reordenación de dislocaciones durante el tratamiento de envejecimiento [124]. Resultados de trabajos previos, como el de Robinson y Tanner [125] han mostrado que el tiempo y la temperatura de tratamiento juegan un papel fundamental en la relajación de tensiones. Sin embargo, en dicho trabajo se concluye que el tratamiento T6 a 120°C no llega a producir relajación significativa de la tensión residual en barras forjadas de 7010Al. Dicha premisa ha sido adoptada previamente [104, 108]. Sin embargo, los resultados aportados corroboran que, en efecto, los tratamientos para alcanzar el estado T6, a 146°C para los materiales PM, y a 160 y 175°C para los materiales IM, son suficientemente intensos no solo como para producir precipitación de segundas fases con el consiguiente endurecimiento de la matriz, sino también, como para favorecer la actividad de dislocaciones y producir una significativa relajación de la tensión

macroscópica, en torno al 75% (excepto en el caso del compuesto W6A15A), tal como se muestra en la tabla 5.3.

Material	Denominación	$\sigma_{hid}^{M,T6}$ (MPa)	$\Delta\sigma_{hid}^{M(T4-T6)}$ (%)
Al6061	E220	20(2)	85
Al6061-15 vol% SiC _(w)	E219	31(8)	71
Al2014	W2A00A	58(23)	74
Al2014-15 vol% Al ₂ O ₃ (p)	W2A15A	36(49)	88
Al6061	W6A00A	-	-
Al6061-15 vol% Al ₂ O ₃ (p)	W6A15A	73(19)	17

Tabla 5.3 Valores de tensión macroscópica hidrostática (σ_{hid}^M) en T6 y diferencia porcentual respecto a T4. La tensión se calcula como diferencia de tensión entre el centro ($r=0$) y la superficie ($r=R$) de las muestras. El error se muestra entre paréntesis.

Los resultados demuestran que, si bien el envejecimiento no llega a producir una relajación completa, sí permite un cierto movimiento de dislocaciones, suficiente como para liberar un nivel elevado de tensión residual. Por este mismo razonamiento, es lógico esperar que tratamientos más largos, como el necesario para alcanzar el estado OA, produzcan una relajación más acusada. Algunos autores [126] han encontrado relajaciones de tensión parciales. En el presente trabajo, los tratamientos hasta alcanzar el estado sobre-envejecido, producen la relajación completa de la tensión macroscópica.

El único caso en el que esta relajación no es tan aparente, es el del perfil de tensión hidrostática en la aleación W2A00A, figura 5.14, en el que el perfil obtenido para la componente hidrostática no es tan plano como en el resto de los materiales. Sin embargo, en vista de que la tensión deviatora sí se relaja por completo, es posible asumir que la tensión entre las componentes de tensión sí se elimina, y que por tanto el efecto observado en la hidrostática puede ser debido a cierta dispersión de las medidas en este material.

5.4.1 EFECTO DEL TRATAMIENTO TÉRMICO SOBRE LA TENSIÓN RESIDUAL MICROSCÓPICA

La tensión residual microscópica en la matriz, muestra una respuesta muy diferente a la de la tensión macroscópica frente a los tratamientos térmicos de envejecimiento y sobreenvejecimiento.

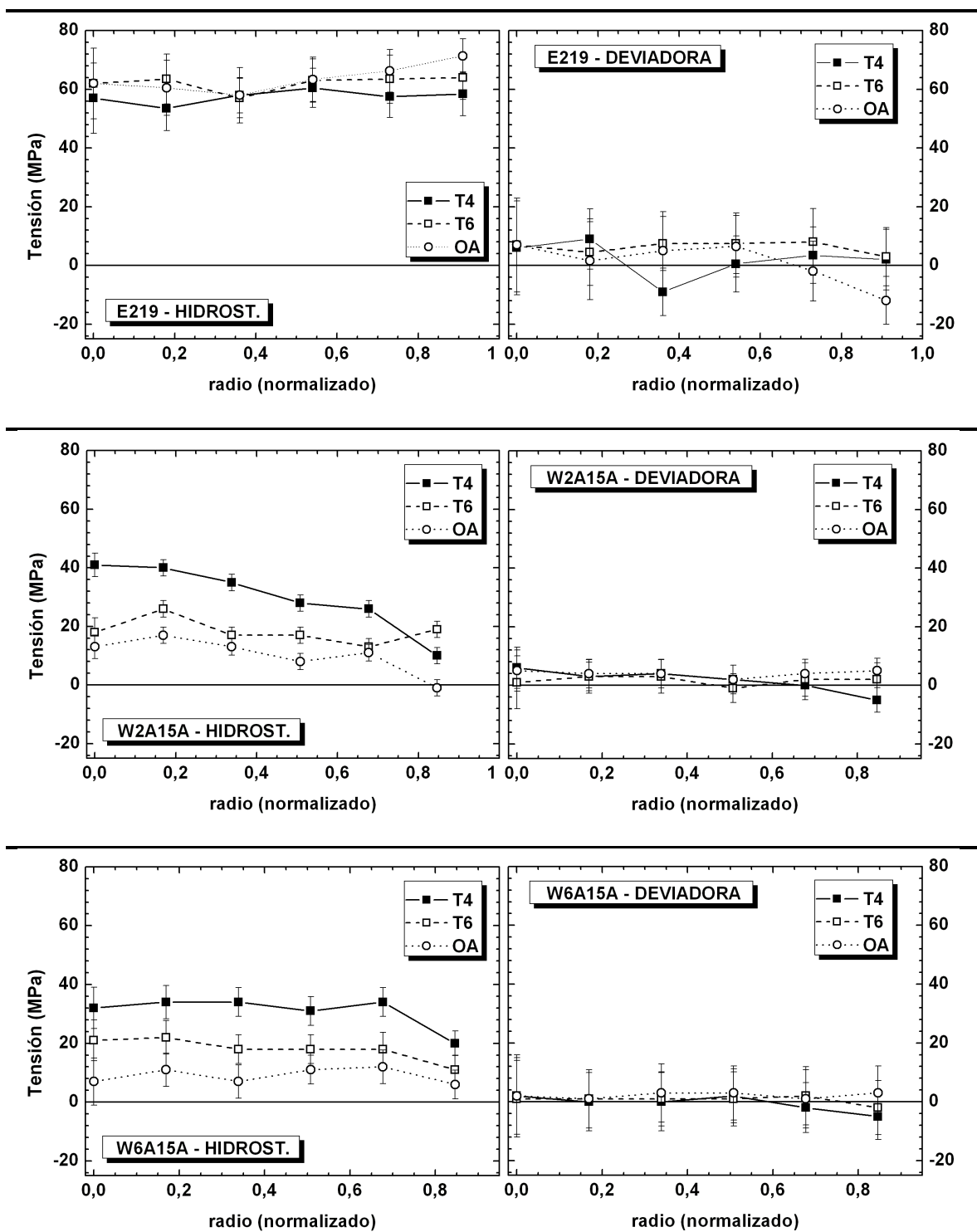


Figura 5.16 Variación de la distribución de la tensión microscópica en los materiales compuestos tras sucesivos tratamientos térmicos a T6 y a OA

La evolución de la micro tensión presenta ligeras diferencias entre los materiales compuestos, concretamente entre el PM y los IM, que están muy relacionadas con la microestructura resultante en uno y otro. En la figura 5.16 se muestran los perfiles de tensión residual microscópica, hidrostática y deviatora, en los tres casos. En E219, no se observa una variación apreciable de la micro tensión hidrostática con los tratamientos térmicos. Por el contrario, en los materiales W2A15A y W6A15, la tensión hidrostática relaja parcialmente, primero con el envejecimiento, y posteriormente con el recocido. Este último no produce relajación total, de forma que en el estado sobreenviejado, la matriz retiene cierto nivel de tensión residual. La deviatora, sigue siendo prácticamente nula en todos los materiales tras los tratamientos.

Las diferencias de comportamiento entre los materiales compuestos se pueden abordar a partir de las contribuciones a la tensión microscópica comentados anteriormente. Resulta significativo que en el material PM, E219, el estado de tensión microscópica sea el mismo tras el temple, que tras los subsiguientes tratamientos térmicos, sobre todo teniendo en cuenta que estos sí son capaces de relajar la tensión macroscópica, es decir, que la temperatura de sendos tratamientos es suficiente como para activar el movimiento de dislocaciones. La persistencia del estado de tensión residual microscópica se explica del siguiente modo: Durante el tratamiento térmico, las redes de ambas fases, matriz y refuerzo se encuentran expandidas, y la temperatura favorece el movimiento y aniquilación de dislocaciones. Como consecuencia, la tensión residual relaja en mayor o menor medida en función del tiempo y la temperatura del tratamiento. Al enfriar, debido a la diferencia de CTE entre las fases constituyentes del material compuesto, la diferente contracción de éstas origina un gradiente de deformación plástica, responsable del estado de tensión residual microscópica observado. De acuerdo a la teoría de Ashby [127], dicho desajuste se acomoda mediante la generación de dislocaciones denominadas “geométricamente necesarias” (GND).

Resulta muy notable que se reproduzca exactamente el mismo nivel de tensión después de cada uno de los tratamientos térmicos, sobre todo si se tienen en cuenta las diferencias de gradiente y velocidad de enfriamiento entre T4 (temple en agua),

respecto a T6 y OA (aire). Se deduce, por tanto, que la tensión microscópica en este material es debida únicamente al desajuste térmico, para el que sólo interviene la diferencia en el CTE, y no la velocidad de enfriamiento.

En los materiales IM, W2A15A y W6A15A por el contrario, se produce una relajación parcial, posterior a cada tratamiento térmico. Sin embargo, incluso tras el tratamiento de sobreenviejecimiento, persiste cierto nivel de tensión microscópica. En el caso de estos dos materiales compuestos de colada (IM), esta relajación se relaciona con un efecto de la microestructura: éstos presentan mayor distancia entre partículas, que da lugar zonas de matriz menos afectada por el desajuste entre matriz y refuerzo [50]. Debido a esto, la velocidad de enfriamiento tendría un efecto sobre la generación de tensiones residuales; una menor velocidad de enfriamiento (tratamientos T6 y OA) permitiría cierta reordenación de dislocaciones hacia zonas de la matriz menos desajustadas, y en consecuencia un nivel de tensión residual acumulada menor. De acuerdo con esta idea, en el material compuesto E219 (PM), aunque tiene la misma fracción de refuerzo, debido su microestructura más homogénea (menor tamaño de partícula), la velocidad de enfriamiento tendría menos influencia sobre la cantidad de tensión residual microscópica acumulada. Cabe destacar también, que si existiera una contribución del desajuste elástico, por efecto de una tensión residual macroscópica suficientemente elevada, resultaría lógico, que esta contribución desapareciera al relajar la tensión macroscópica con los tratamientos térmicos, esto es, tras el recocido a T6.

5.5 TENSIONES RESIDUALES Y COMPORTAMIENTO MECÁNICO. EFECTO DE DIFERENTE RESISTENCIA MECÁNICA

Los resultados de los ensayos mecánicos que se muestran en el capítulo 3, figura 3.13, ponen de manifiesto una clara diferencia de comportamiento mecánico en tracción y en compresión en algunos de los materiales estudiados. Este comportamiento se conoce como Diferente Resistencia Mecánica, DRM (o SDE, del inglés Strength Differential Effect) y ha sido observado en diferentes materiales [57,80,88,101,108,129-133,144-147,162,165], en los que la curva de tensión-deformación en compresión discurre por

valores de tensión superiores que la de tracción. El diferente comportamiento en tensión y en compresión se define como,

$$DRM = \Delta\sigma_{c-t} = \sigma_i^{compresión} - \sigma_i^{tracción} \quad (5.30)$$

donde i representa cada valor de deformación. En la tabla 5.4 se recoge la diferencia de límite elástico en tracción y en compresión de los diferentes materiales estudiados.

Material	Denominación	$\sigma_y(\text{compr.})$	$\sigma_y(\text{tracc.})$	$\Delta\sigma_y^{C-T}$
Al6061-15%vol.SiC _w	E219	443	441	2
6061Al (PM)	E220	386	382	4
Al2014-15%vol.Al ₂ O _{3p}	W2A15A	522	460	62
2014Al	W2A00A	490	457	33
Al6061-15%vol.Al ₂ O _{3p}	W6A15A	303	285	18
6061Al	W6A00A	294	275	19

Tabla 5.4 Valor de la diferencia de límite elástico entre los modos de compresión y tracción
Valores en MPa

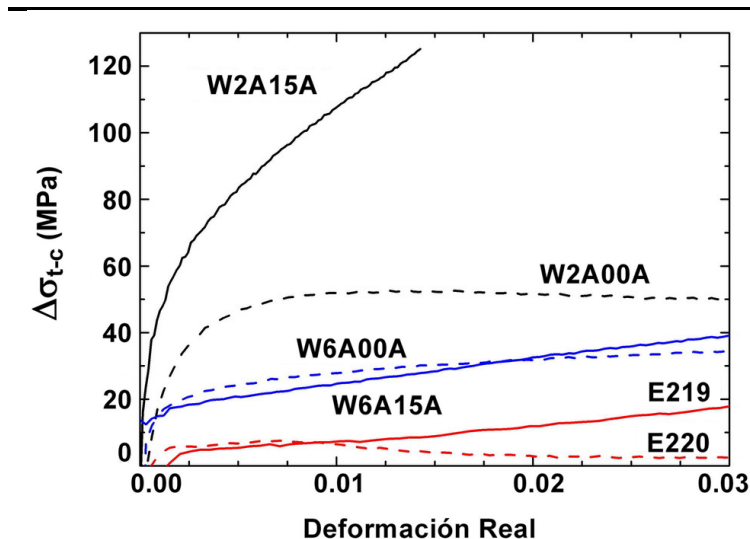


Figura 5.17 variación de la Diferente Resistencia Mecánica con la deformación para todos los materiales estudiados.

En la figura 5.17 se muestra la variación del DRM para cada uno de los materiales estudiados de acuerdo con la expresión (5.30) a partir de las curvas de tracción y compresión representadas en el capítulo 3, figura 3.13. Las líneas continuas

corresponden a los materiales compuestos. Las aleaciones monolíticas se muestran con línea discontinua.

En el material compuesto E219, a valores bajos de deformación, el valor de DRM es prácticamente nulo. Sin embargo, a partir del 1%, las curvas de tracción y compresión comienzan a separarse. El valor de $\Delta\sigma_{c-t}$ aumenta progresivamente respecto a aleación sin reforzar E220, que no presenta DRM [88,101]. El material compuesto W6A15A presenta un DRM de alrededor de 20 MPa superior al observado en E219, con una variación con la deformación similar a la de este último. El material compuesto W2A15A presenta un DRM significativamente más elevado que el de los otros dos materiales compuestos. Además, éste aumenta con la deformación de forma mucho más acusada, hasta el valor registrado de rotura en tracción en torno al 1,4% de deformación plástica. En este punto el DRM llega a superar los 120 MPa.

Un hecho inesperado es que ambas aleaciones de colada, W2A00A y W6A00A, presentan un valor elevado de DRM, contrariamente a lo que cabría esperar en aleaciones monolíticas. El de la aleación W6A00A es del mismo orden de magnitud que el del correspondiente material compuesto, alrededor de 20 MPa a valores próximos al límite elástico y en torno a los 30 MPa en el 2% de deformación. En W2A00A, el DRM parte de un valor de 33 MPa en el límite elástico, y rápidamente alcanza los 50 MPa para una deformación de 0,5%. A partir de este valor, el DRM permanece constante con la deformación.

Cabe destacar una diferencia importante entre la variación de DRM de las aleaciones y los materiales compuestos: Mientras que en las primeras, el valor de DRM es más o menos constante, en los segundos, la diferencia crece de forma lineal con la deformación, prácticamente desde el valor de límite elástico.

El comportamiento frente a la tensión aplicada de un material compuesto puede verse afectado por diferentes factores [128]. En numerosos trabajos se ha propuesto la presencia de tensiones residuales microscópicas matriz-refuerzo como responsable de la Diferente Resistencia Mecánica [80,88,108,131,132,137]. La tensión residual

microscópica actúa modificando el origen de las curvas de tracción y compresión respecto de la matriz que está libre de esta tensión residual. Asumiendo que no existen más contribuciones a la DRM, la micro-tensión contribuye por adición a la tensión aplicada en compresión, y, por el contrario, sustrayéndose de las misma en tracción [134]. En la práctica esto se interpreta como un desdoblamiento de la curva tensión-deformación. En esta línea Fernández et al., encontraron que factores como la orientación del refuerzo y la microestructura del material compuesto juegan un papel en el desarrollo de micro-tensión y, por tanto, en la aparición de DRM [101]. Otros autores [129] señalan otra posible contribución al DRM a faltas de cohesión entre matriz y refuerzo, más acentuada en el ensayo de tracción que de compresión.

Aunque el análisis del efecto de DRM mediante modelos matemáticos rigurosos excede el alcance y propósito de este trabajo, a continuación se describen de forma resumida los detalles más importantes observados en cada uno de los materiales compuestos estudiados:

E219	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Micro-tensión $\approx 60\text{MPa}$ ▪ DRM nulo hasta 1% deformación real, $<20\text{ MPa}$ a 3% ▪ Diferencia de límite elástico entre el compuesto y la correspondiente aleación ($\Delta\sigma_y$) $\approx 60\text{MPa}$ en tracción y compresión
W2A15A	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Micro-tensión $\approx 20\text{ MPa}$ ▪ DRM $\approx 60\text{MPa}$ en σ_y, 120 MPa en rotura (1,4% deformación) ▪ Diferencia de límite elástico entre el compuesto y la correspondiente aleación ($\Delta\sigma_y$) $\approx 30\text{MPa}$, en compresión, nulo en tracción
W6A15A	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Micro-tensión $\approx 20\text{ MPa}$ ▪ DRM $\approx 20\text{MPa}$ en σ_y, 40 MPa a 3% de deformación ▪ Diferencia de límite elástico entre el compuesto y la correspondiente aleación ($\Delta\sigma_y$) $\approx 10\text{ MPa}$, en compresión y tracción

En conclusión, se observa un comportamiento muy diferente entre el material compuesto PM y los IM. En el primero, la presencia de refuerzo da lugar al desarrollo de micro-tensiones, primordialmente de origen térmico. La micro-tensión no produce

desdoblamiento apreciable de la curva de tensión-deformación en E219 a valores de deformación bajos. No es sino hasta valores de deformación significativos, superiores al 1%, cuando se produce un ligero desdoblamiento de la curva, que se atribuye a la transferencia de carga entre matriz y refuerzo [46].

En los compuestos IM, (W2A15A y W6A15A) se da una situación contraria: el nivel de micro-tensión encontrado en la matriz es bajo. Esto está en buen acuerdo con una densidad de dislocaciones presumiblemente menor, asociada a dicha tensión, y con la discreta mejora del límite elástico en comparación con la que experimenta el material PM. Sin embargo, el DRM es muy superior, lo que induce a pensar que la micro-tensión no sea la única contribución.

Por un lado, se propone como posible contribución, la existencia de un menor grado de cohesión entre matriz y refuerzo en los materiales IM, como consecuencia del procesado. Esta posibilidad no se puede corroborar con los resultados actuales. Se hace necesaria una investigación más detallada de este aspecto, mediante el estudio por SEM de la inter-fase en muestras de tracción de los materiales compuestos a diferentes grados de deformación. Por otro lado, se propone como contribución a la DRM, la presencia de tensiones inter-granulares, actuarían de modo similar a la micro-tensión de origen térmico, en el caso de los materiales compuestos.

En las aleaciones de colada W2A00A y W6A00A, la inesperada presencia del efecto de DRM, se atribuye precisamente a la presencia de tensiones inter-granulares, sin embargo, con la metodología de medición de tensiones desarrollada en este trabajo resulta imposible determinarlas, ya que los datos obtenidos corresponden únicamente a la reflexión 311, de baja textura. Líneas de investigación futuras implican el análisis de los resultados de tensión residual obtenidos con diferentes reflexiones, como por ejemplo 111 ó 001 en relación con la textura de cada reflexión. Esto permitiría tener en consideración el “peso” de la tensión residual que resultaría con cada una de las reflexiones sobre las que se hicieran las medidas de difracción.

5.6 ASPECTOS CINÉTICOS. RELAJACIÓN CON LOS TRATAMIENTOS TÉRMICOS

La variación de la tensión residual y el límite elástico con el tiempo se puede describir mediante una exponencial decreciente según,

$$\sigma = \sigma_{\infty} + \sigma_0 \cdot e^{-t/\tau} \quad (5.31)$$

En la que τ es el tiempo de relajación, σ_{∞} es el valor asintótico y σ_0 es la magnitud del decremento. Así, el valor de la tensión en $\tau=0$ será la suma $\sigma_0 + \sigma_{\infty}$. Los estudios realizados a diferentes tiempos de tratamiento térmico han permitido determinar el valor de estos parámetros, así como de la posible correlación existente entre la respuesta de tensiones residuales y propiedades mecánicas. En las siguientes secciones se compararán los parámetros de ajuste en cada caso para los diferentes tratamientos térmicos.

5.6.1 CINÉTICA DE RELAJACIÓN DE TENSIONES RESIDUALES

Para estudiar la relajación de tensión residual a diferentes temperaturas de recocido, se ha recurrido a la variación de la tensión total hidrostática y deviatora en la matriz con el tiempo de recocido, figura 5.18. Los materiales objeto de este estudio son la aleación y el compuesto obtenidos por vía PM, E220 y E219 respectivamente.

Los resultados de este trabajo son los correspondientes a los tratamientos a 190 y 230°C. Nótese, que tanto en la aleación como en el compuesto, la relajación de la tensión hidrostática a 230°C, parece superior que a 300°C. Sin embargo, esto es un efecto aparente, ya que la tensión inicial correspondiente a la curva a 300°C en realidad es muy superior. Esta diferencia, se atribuye a que los datos a 300°C y 230°C se obtuvieron en instrumentos y experimentos diferentes, circunstancia que puede dar lugar a variaciones relativas, no reales.

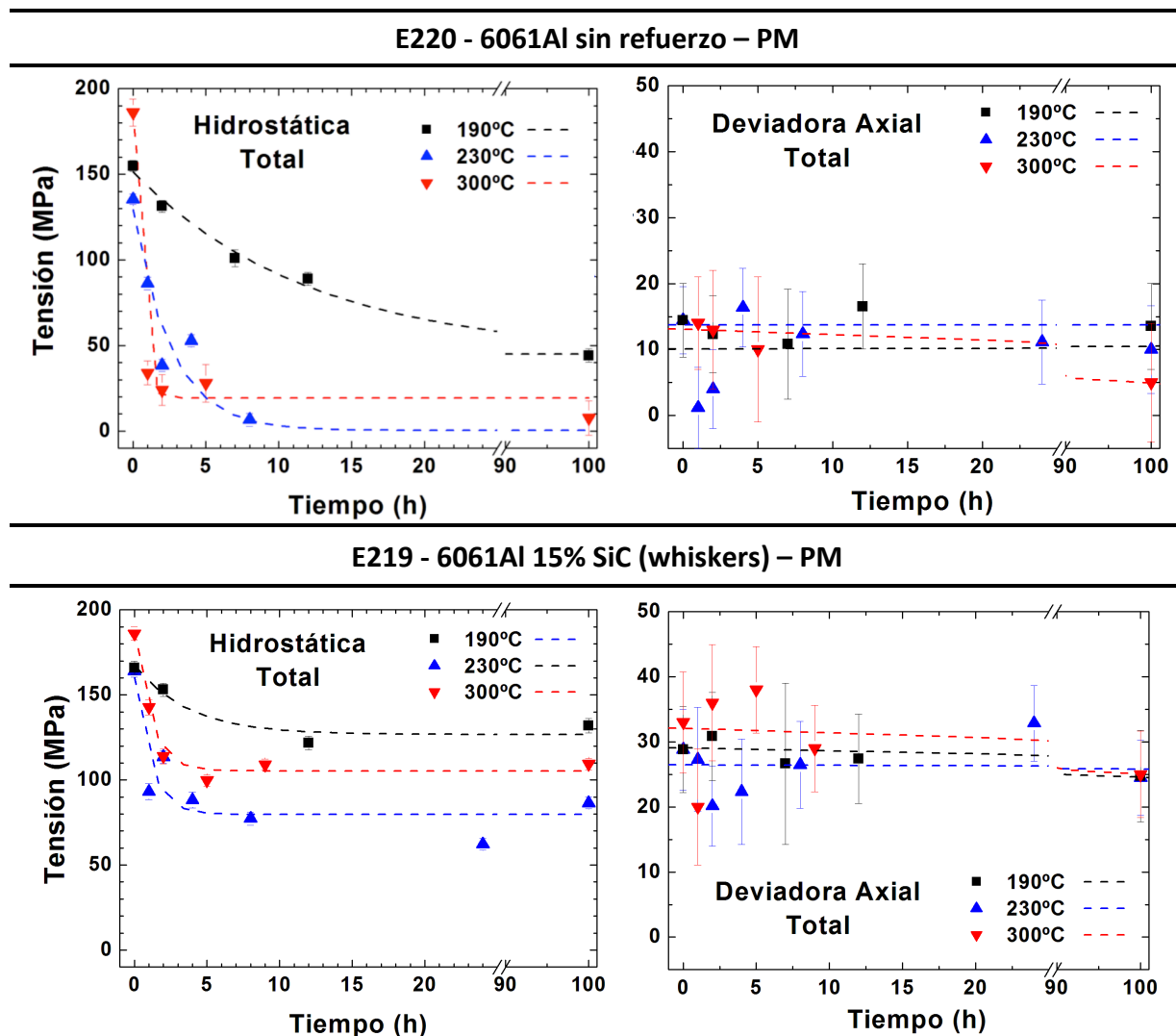


Figura 5.18 Variación de la tensión residual total en la aleación 6061Al (E220) y el compuesto 6061Al-15%SiC_w (E219), ambos PM. Izquierda: tensión hidrostática. Derecha: tensión deviatora. La variación a 300°C corresponde a Bruno et al. [108]

$T (^{\circ}\text{C})$	190			230			300		
Material	σ_0	σ_{∞}	τ	σ_0	σ_{∞}	τ	σ_0	σ_{∞}	τ
E219	40 (11)	127 (7)	3,7 (3,1)	80 (19)	80 (9)	1,1 (0,6)	82 (7)	105 (4)	1,1 (0,22)
E220	106 (7)	50 (6)	12,1 (2)	129 (35)	1 (33)	2,6 (1,8)	167 (12)	19 (6)	0,4 (0,1)

Tabla 5.5 Parámetros de ajuste exponencial, ecuación 5.31, de la relajación de tensiones residuales. El valor entre paréntesis indica el error en el ajuste. Los valores de σ , σ_0 están expresados en MPa y los de τ en horas.

En la tabla 5.5 se recogen los parámetros de ajuste de las exponenciales decrecientes, ecuación (5.31), correspondientes a cada una de las temperaturas de relajación de la tensión hidrostática.

El tiempo de relajación, τ , es más corto cuanto mayor es la temperatura. A 190°C, el material compuesto exhibe un valor de τ inferior al de la aleación; es decir, relaja antes debido a una cinética de precipitación más rápida [96]. Sin embargo, a temperaturas superiores, los tiempos en ambos materiales tienden a igualarse, tal como se muestra en la figura 5.19.

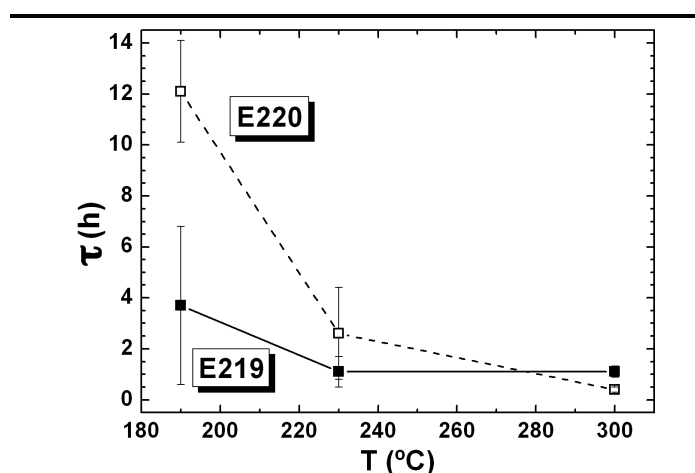


Figura 5.19 Variación del tiempo de relajación de la tensión hidrostática con la temperatura de recocido en los materiales PM, E220 y E219

Esto se relaciona con el hecho de que la energía de activación para la difusión atómica del Aluminio en la matriz del material compuesto, es menor que en la aleación sin reforzar, a causa de la mayor densidad de dislocaciones [128]. Es sabido que las dislocaciones representan caminos de fácil difusión atómica. Sin embargo, cuanto mayor es la temperatura de tratamiento, la difusión por las dislocaciones deja de tener relevancia frente a la difusión en la red (bulk diffusion) que debe ser igual en E220 y E219.

Resulta interesante además, analizar la variación de tensión que relaja, σ_0 (no confundir con la notación típica para el límite elástico de un material): A 190°C no se alcanza la relajación completa en ninguno de los dos materiales. La aleación relaja más que material compuesto, 106MPa frente a 40 MPa. Esto se atribuye a que la alta densidad de dislocaciones supone un impedimento adicional a su propia reordenación que no existe en la aleación.

El tratamiento a 230°C produce una relajación casi total de la tensión hidrostática en la aleación, figura 5.18. Este comportamiento es igual que el observado en la relajación de los perfiles de tensión estudiada por difracción de radiación de sincrotrón. Concuerda pues con la idea de que en la aleación la tensión residual es macroscópica (tipo I), y desaparece completamente con tratamientos térmicos a suficiente temperatura.

Sin embargo, en el material compuesto a 230°C se produce el mismo nivel de relajación que a 300°C: se alcanzan unos 80 MPa, valor que no disminuye con el tiempo de tratamiento. Esto es consistente también con el comportamiento de los perfiles de tensión observado por difracción de radiación sincrotrón. La tensión total en cada fase del material compuesto es la suma de la macro y la micro. Los recocidos a 230 y 300°C relajan la macro-tensión, pero el valor remanente (asintótico) se corresponde con el valor de la micro-tensión en la matriz. Tal como se ha discutido anteriormente, en este material compuesto, la micro-tensión se debe únicamente a la contribución del desajuste térmico entre matriz y refuerzo, que se relaja en mayor o menor medida durante el calentamiento, pero reaparece cuando se enfría el material.

Los valores de micro-tensión (asintóticos) tras los recocidos a 230 y 300°C, son de 80 y 105 MPa respectivamente. El valor obtenido a partir de medidas por difracción de radiación de sincrotrón está alrededor de 60 MPa. Las diferencias se atribuyen al error cometido al utilizar un valor de espaciado reticular de referencia proveniente de medidas experimentales en material en polvo. Éstas pueden no ser del todo representativas del estado libre de tensión, pero en caso de no disponer de medidas a lo largo del eje radial, que permitan la aplicación rigurosa del equilibrio de la tensión axial para la determinación de d_0 , suponen una aproximación razonable. La determinación de d_0 a partir de las condiciones de equilibrio permite demostrar que la macro-tensión sí relaja de forma efectiva por recocido a suficiente temperatura y que, por tanto tras el mismo, solo queda la tensión microscópica.

La tensión desviadora axial no muestra una tendencia definida con el tratamiento en ninguno de los dos materiales. En el estado sobre-envejecido se tienen unos valores

netos de tensión de unos 10 MPa en la aleación, y 20 MPa en el material compuesto. Sin embargo, esto contradice en cierta medida las observaciones realizadas por difracción de radiación sincrotrón, de acuerdo a las cuales la macro-tensión deviatora relaja, y la micro-tensión es nula. Puesto que el término deviator es en realidad un valor relativo ($\sigma_{11} - \sigma_{Hid}$), no puede tratarse de un efecto del espaciado de referencia. Sería necesario una investigación más profunda para determinar las causas de este comportamiento.

Energía de Activación para la relajación

En procesos de relajación, la deformación total permanece constante de modo que:

$$\varepsilon_{Tot} = \varepsilon_e + \varepsilon_p = cte \quad (5.32)$$

$$\dot{\varepsilon}_e = -\dot{\varepsilon}_p \quad (5.33)$$

Donde los subíndices e y p hacen referencia a deformación elástica y plástica respectivamente. La energía elástica almacenada se relaja progresivamente al pasar de deformación elástica a deformación plástica de acuerdo a la Ley de Hooke, $\dot{\varepsilon}_e = -(1/E)\dot{\sigma}$, donde σ es la tensión, y E es el Módulo de Young. Así, es posible rescribir la expresión (5.33) como,

$$\sigma = -\dot{\varepsilon}_p E \tau \quad (5.34)$$

Por otro lado, de acuerdo a la ley de la fluencia [135], la velocidad de deformación en el estado estacionario se puede escribir de forma general como,

$$\dot{\varepsilon}_p = A \left(\frac{\sigma}{E} \right)^n \cdot e^{\left(\frac{-Q_R}{RT} \right)} \quad (5.35)$$

Donde σ es la tensión aplicada durante el ensayo de fluencia, T la temperatura, R la constante de los gases, n el exponente de la tensión, Q_R la energía de activación, y A es una constante con unidades de s^{-1} . Entonces, asumiendo que la relajación de una tensión

residual obedece fundamentalmente a un proceso de fluencia [136], se puede describir entonces la tensión según la expresión (5.34),

$$\sigma = \varepsilon_0 \cdot e^{\left(\frac{-Q_R}{RT}\right)} \cdot \tau \quad (5.36)$$

Donde $\varepsilon_0 = -A(\sigma/E)^n E$. Operando adecuadamente, se puede describir a su vez como,

$$\ln \tau = \ln \frac{\sigma}{\varepsilon_0} + \frac{Q_R}{RT} \quad (5.37)$$

Esta expresión corresponde con la ecuación de una recta en la que el término independiente es $\ln(\sigma/\varepsilon_0)$, y la pendiente es Q_R/R . Si se representan los valores de $\ln \tau$ extraídos en las exponenciales de relajación frente a $1/T$ para las diferentes temperaturas estudiadas, figura 5.20. Es posible determinar el valor de la pendiente para cada material, y de ahí el valor de la energía de activación. En el caso de la aleación E220 se tiene un buen ajuste de los valores. En el caso del material compuesto E219, no se obtiene una recta, puesto que los tiempos de relajación a 230 y 300°C son iguales, pero diferentes al correspondiente a 190°C. Se ha calculado el valor de interpolación entre 190 y 230°C. Los valores de energía de activación a partir del valor de la pendiente se muestran en la tabla 5.6

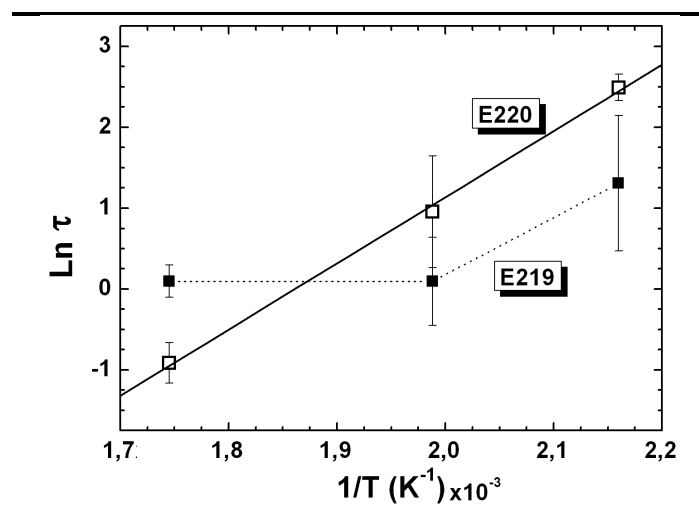


Figura 5.20 Variación los valores $\ln \tau$ frente a $1/T$ a partir de las curvas de relajación de E220 y E219

Material	$Q_R(\text{kJ/mol})$
E220	67 (3)
E219	62 (45)

Tabla 5.6 Valores de Energías de activación para la relajación de tensiones residuales. El error se muestra entre paréntesis.

El error en el valor de energía del material compuesto es muy superior al de la aleación sin reforzar. Mientras que en la última, el error procede del ajuste lineal, en el primero procede de la propagación de los errores en la interpolación de los tiempos de relajación (a su vez bastante elevados). Como cabía esperar, el valor de Q_R es similar en ambas matrices, aunque ligeramente inferior en la matriz del material compuesto. En el material compuesto, serían necesarios valores de relajación más precisos para poder determinar este valor de energía de activación de manera más rigurosa. Esto sería posible con un mayor número de puntos, es decir, con el estudio de la relajación de tensiones residuales a más temperaturas. Aunque la diferencia no puede considerarse significativa, puesto que se encuentra dentro del margen de error, una menor energía de activación en el material compuesto estaría en buen acuerdo con el comportamiento observado y discutido anteriormente. La menor barrera energética presente en la matriz del material compuesto es debida a la mayor densidad de dislocaciones, que sirven como caminos preferenciales para la difusión. En ambos casos, sin embargo, el valor obtenido resulta ligeramente inferior al valor de energía de activación reportado para la auto-difusión de Aluminio por dislocaciones [138]. Se hace necesario incorporar resultados de tratamientos de relajación a más temperaturas para corroborar estos resultados, y reducir el error obtenido en la energía de activación del material compuesto.

5.6.2 CINÉTICA DE LA EVOLUCIÓN DEL LÍMITE ELÁSTICO

Límite Elástico, σ_E

Resulta significativo que el límite elástico, σ_E (no confundir con el parámetro de la variación exponencial σ_0), decaiga de forma exponencial con los tratamientos térmicos de forma análoga a la tensión residual macroscópica. Por un lado, los procesos de

relajación de tensiones están gobernados por procesos de fluencia. Por otro lado, el límite elástico es una propiedad intrínseca del material, dependiente de su microestructura, y, en este tipo de aleaciones, del fenómeno de precipitación. Las curvas se muestran en el apartado 3.5.2, figura 3.17, y los valores de los parámetros de ajuste de cada material a las tres temperaturas investigadas se recogen en la tabla 5.7.

Con el recocido a la temperatura más baja, 200°C, la disminución de σ_E de los materiales de colada es pequeña, en comparación con la observada a 250 y 300°C. En todos los casos el tiempo de decaimiento en el material compuesto, es inferior al de la aleación sin reforzar.

La disminución del límite elástico con el recocido se atribuye a la formación de precipitados incoherentes en la matriz (β ó θ , dependiendo de que se trate de la matriz de Al2014 ó Al 6061 respectivamente), que se forman a partir de precipitados semi-coherentes (β'' ó θ'').

T (°C)	200			250			300		
Material	σ_0	σ_∞	τ	σ_0	σ_∞	τ	σ_0	σ_∞	τ
E219							228 (9)	185 (4)	0.23 (0.03)
E220							262 (11)	90 (5)	0.3 (0.03)
W6A15A	85 (5)	240 (4)	19.9 (3.3)	194 (20)	131 (12)	8.8 (3.9)			
W6A00A	65 (8)	250 (8)	42.8 (12.7)	159 (20)	135 (9)	3.9 (1)			
W2A15A	156 (8)	356 (6)	24 (3.3)	291 (10)	221 (6)	8.4 (1.2)			
W2A00A	122 (10)	359 (9)	33.6 (6.9)	334 (10)	148 (6)	8.6 (1.3)			

Tabla 5.7 Parámetros de ajuste de la evolución del límite elástico con tratamientos térmicos. El valor entre paréntesis indica el error en el ajuste. Los valores de σ_∞ , σ_0 están expresados en MPa y los de τ en horas.

A medida que los precipitados crecen disminuye la distancia entre precipitados. De acuerdo a la teoría de Orowan, la tensión necesaria para producir flujo plástico de la matriz, es inversamente proporcional a la distancia entre precipitados [34]. Así, el crecimiento y coalescencia de precipitados supone una disminución progresiva de la tensión necesaria para deformar plásticamente el material.

En materiales compuestos el valor de σ_E , es superior al de las correspondientes aleaciones monolíticas para un estado de precipitación (o tratamiento térmico) dado, debido al efecto del refuerzo. Dicho efecto se explica mediante el fenómeno de transferencia de carga y la mayor densidad de dislocaciones (GNDs) que suponen un impedimento adicional al flujo plástico.

El decaimiento del límite elástico a la temperatura de tratamiento menor (190°C) es más rápido en los materiales compuestos que en las aleaciones sin reforzar (τ menor). Esto está relacionado con una cinética de precipitación de la matriz más rápida en materiales compuestos [52]. Este comportamiento es consistente con el observado en las curvas de dureza de los materiales, ver apartado 3.3. La máxima dureza en los materiales compuestos se alcanza a tiempos menores que en las aleaciones sin refuerzo, figuras 3.11 y 3.12. Además, el plató de máxima dureza tiende a ser también más corto.

A mayores temperaturas de tratamiento, sin embargo, los tiempos de decaimiento del límite elástico de los materiales compuestos tienden a igualarse a los de las aleaciones. Esto está relacionado con el hecho de que a partir de cierta temperatura la cinética de precipitación de la matriz de los materiales compuestos se asemeja más a la de las aleaciones sin reforzar [96].

Exponente de endurecimiento

La variación del exponente de endurecimiento con los tratamientos de recocido se muestra en la sección 3.5.2, figura 3.18. Éste aumenta con el tiempo de recocido hasta alcanzar un valor máximo aproximadamente para el tiempo de tratamiento para el que se alcanza el mínimo valor de límite elástico. El endurecimiento refleja el proceso de multiplicación de dislocaciones por efecto de la deformación. Así, el comportamiento de N se explica por un aumento en la capacidad de endurecimiento de los materiales a medida que los tratamientos térmicos producen la reordenación de dislocaciones en el material. En los materiales compuestos el valor máximo que alcanza el exponente es menor que en las aleaciones sin refuerzo debido a su mayor densidad de dislocaciones intrínseca. La menor capacidad de endurecimiento de los materiales compuestos está en

línea con una mayor densidad de dislocaciones intrínsecas, y con un estado de tensión residual (microscópica) remanente incluso tras los tratamientos térmicos a tiempos más largos.

5.6.3 CORRELACIÓN ENTRE LA CINÉTICA DE RELAJACIÓN DE TENSIONES RESIDUALES Y EL DECAIMIENTO DEL LÍMITE ELÁSTICO CON TRATAMIENTOS TÉRMICOS

Los resultados de evolución del límite elástico con tratamientos de recocido, permiten establecer la correlación con la relajación de tensiones residuales en condiciones similares [107,108]. Concretamente, en la figura 5.20 se muestra la correlación de los valores de tensión hidrostática total frente al límite elástico, para el recocido a 300°C, en los materiales E219 y E220.

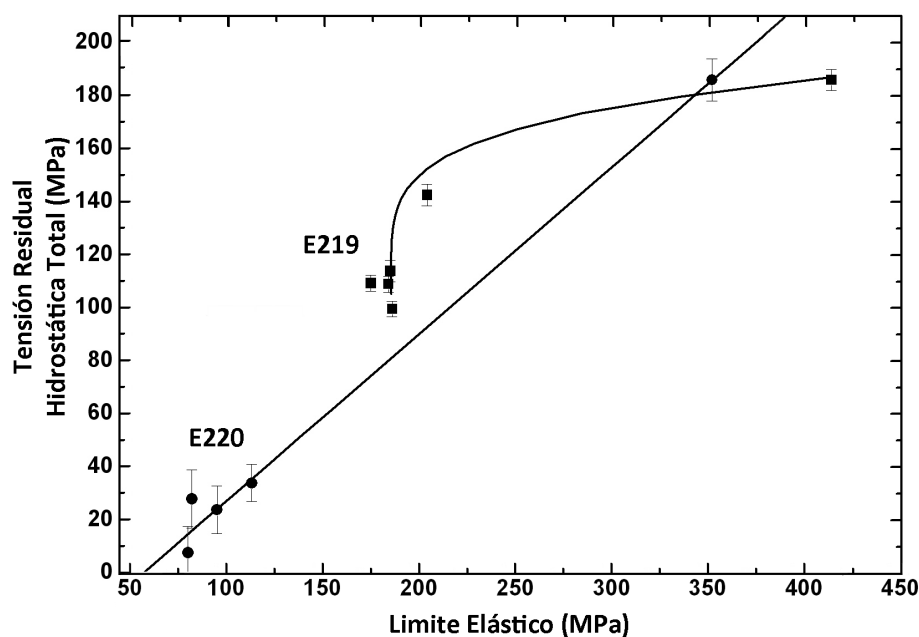


Figura 5.20 Correlación entre tensión residual hidrostática total y límite elástico en los materiales E2190 y E220 durante el recocido a 300°C

Las variaciones de límite elástico y tensión residual por separado corresponden a sendas exponenciales decrecientes [104]. En la aleación E220 la correlación entre ambas resulta prácticamente lineal. La disminución del límite elástico en la aleación es debida fundamentalmente al crecimiento y coalescencia de precipitados en la matriz. A medida

que esto ocurre la microestructura ofrece cada vez menos resistencia al movimiento y reordenación de dislocaciones: que el límite elástico alcanza su mínimo mientras las tensiones residuales tienden a desaparecer. La correlación prácticamente lineal apunta a que a 300°C, ambos procesos ocurren a una velocidad similar.

En el material compuesto en cambio, se aprecian dos regiones bien diferenciadas: A 300°C la precipitación sigue siendo más rápida que la reordenación de dislocaciones, no mucho, pero lo suficiente como para que cuando el límite elástico alcanza su mínimo, la tensión residual total aún sea elevada, figuras 3.15 y 5.18. La tendencia cambia de pendiente al relajarse también la tensión residual también hasta su nivel mínimo que, tal como se ha mostrado anteriormente, no es nulo debido a la presencia de la tensión residual microscópica que no desaparece tras el tratamiento térmico.

5.7 EFECTO DE LA DEFORMACIÓN PLÁSTICA.

El estado de tensiones residuales se ve alterado con la deformación plástica. En todos los casos se produce una disminución prácticamente total de las tres componentes principales con niveles de deformación inferiores al 1%, para producir una relajación prácticamente total de la tensión residual. Esta disminución está en consonancia con los resultados de trabajos previos, no sólo en modo de deformación uniaxial [88, 139], sino también en otros modos de deformación [117, 140].

TENSIÓN MACROSCÓPICA

Los resultados mostrados en el capítulo 4 muestran un comportamiento similar en los materiales compuestos y aleaciones. Así pues, conocida la variación de las componentes principales de tensión resulta ilustrativo realizar la comparación de la variación de la tensión hidrostática y deviatora en cada material compuesto respecto a la correspondiente aleación sin reforzar. Las figuras 5.21 y 5.22 muestran la variación de la tensión macroscópica (Total en el caso del compuesto W6A15A en tracción), con la deformación acumulada en compresión y tracción respectivamente. Los valores son relativos al estado de menor tensión (alrededor del 1% de deformación).

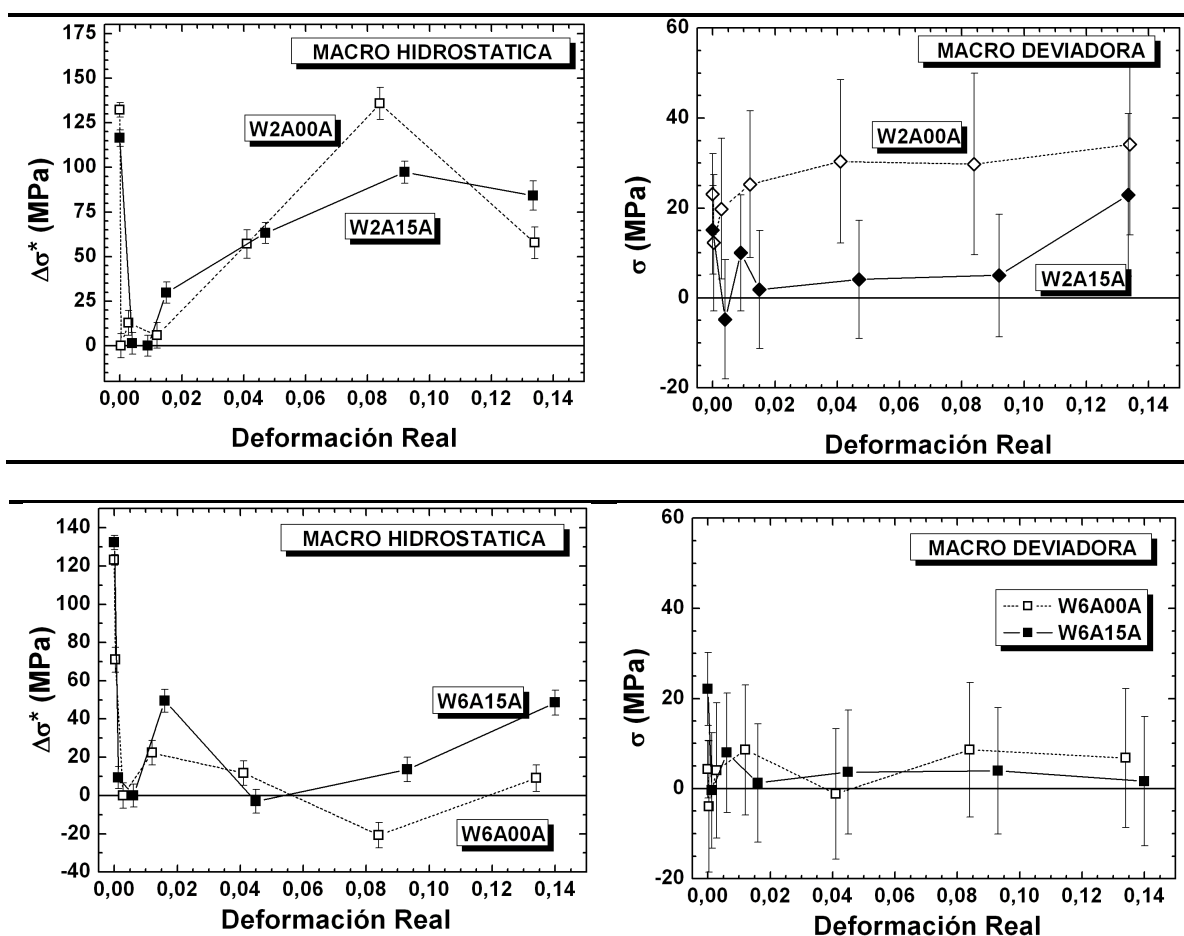


Figura 5.21 Variación de la tensión residual macroscópica, hidrostática y deviatora, en valores relativos al estado relajado ($\Delta\sigma^*$), con la deformación **en compresión**, en materiales IM.

Una vez superado el límite elástico de cada material, una deformación plástica uniaxial homogénea, con independencia de que sea en tracción o en compresión, produce el movimiento de dislocaciones necesario que compensa el desajuste elástico entre las regiones internas y externas del cilindro, originado por el temple. Como consecuencia la tensión macroscópica asociada al mismo desaparece [139,143].

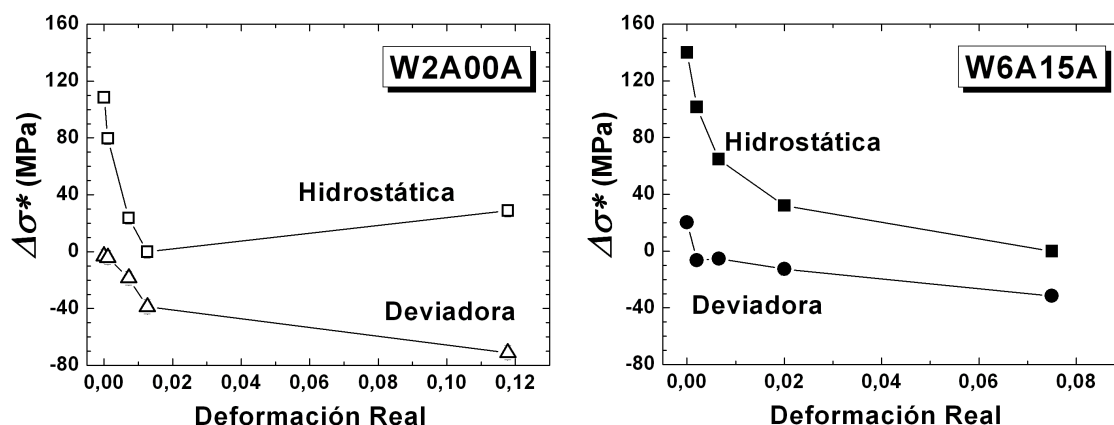


Figura 5.22 Variación de la tensión residual hidrostática y deviadora, en valores relativos al estado relajado ($\Delta\sigma^*$), con la deformación **en tracción**. Macroscópica en la aleación W2A00A, y Total en el material compuesto W6A15A, ambos materiales IM.

En compresión, esta disminución es muy similar en el material compuesto y en la aleación, por lo que aparentemente no existe contribución alguna del refuerzo en la relajación de la tensión macroscópica, figura 5.21, izquierda. Por su parte, la tensión deviadora macroscópica, de unos 20 MPa, también cae abruptamente con niveles de deformación bajos, por lo que aparentemente, el flujo plástico también elimina el carácter anisótropo de la tensión macroscópica. Otros autores han observado y discutido un comportamiento similar en materiales compuestos PM, con matriz de 6061Al reforzados con 15% en volumen de whiskers de SiC [139,88].

Una vez superado el 1% de deformación, la aleación W2A00A y el material compuesto W2A15A experimentan un progresivo aumento de la tensión residual hidrostática, algo más acentuado en la aleación sin reforzar que en el material compuesto. En los trabajos mencionados se han documentado comportamientos similares en materiales pulvimetalúrgicos basados en la aleación Al 6061, y se relacionan con varios posibles fenómenos. Por un lado, en materiales compuestos puede producirse un fenómeno de arrastre. Dicho fenómeno consiste en que al aplicar un esfuerzo en tracción por encima de límite elástico de la matriz, ésta plastifica, pero el refuerzo sólo se deforma elásticamente. Al retirar el esfuerzo aplicado el refuerzo recupera sus dimensiones, induciendo en la matriz cierto estado de tensión residual en compresión. Cuando la deformación aplicada es en compresión, el estado de tensión inducido por el efecto de arrastre es de tracción en la matriz circundante.

En la figura 5.22, se aprecia una rápida relajación de la tensión residual en tracción inicial hasta alrededor del 1% de deformación. Después, la variación se atenúa, sucediéndose una disminución más progresiva (a 2% y 7,5% aproximadamente). Este cambio difiere de las relajaciones rápidas encontradas en el resto de materiales.

Si por el contrario se considera que la variación mostrada en la figura 5.2, corresponde a un decaimiento rápido de la tensión hasta su mínimo alrededor del 1% (igual que ocurre en compresión), y además al posible efecto añadido de arrastre en tracción anteriormente mencionado, entonces, el decaimiento de la tensión residual sería similar en ambos modos de deformación, y se tendría una variación similar a la mostrada en la figura 5.3. Para demostrar esta última hipótesis, se hacen necesarios valores de tensión absolutos que permitan resolver con mayor precisión la variación de tensión por encima del 1% de deformación.

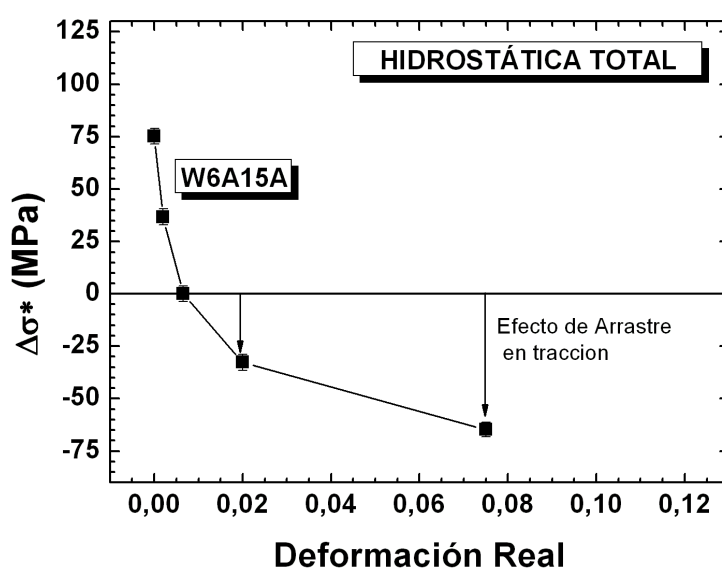


Figura 5.23 Representación del posible efecto de Arrastre en tracción en el material W6A15A, al considerar el estado de mínima tensión para un valor de deformación alrededor del 1%.

Otro posible efecto a tener en cuenta es el de las tensiones inter-granulares. Estas pueden aparecer en materiales policristalinos, por acomodación de cada grano a la deformación debida a los granos adyacentes [87] y el carácter anisótropo de la

plasticidad de los cristales. Resulta llamativo no obstante, que la pareja de materiales, aleación y compuesto correspondiente, con mayor aumento de la tensión residual (por encima del 1%) sea la formada por W2A00A y W2A15A, figura 5.21. En estos, el efecto de DRM observado es también el más elevado de todos. Es posible, por tanto, que estos materiales sometidos a compresión desarrollen un nivel de tensiones inter-granulares capaz de alterar de forma importante su comportamiento mecánico en tracción y compresión.

Otra posible explicación al aumento de la tensión residual es que por encima de cierto grado de deformación en compresión, ésta no resulte del todo homogénea. Esto es especialmente acusado en la aleación W2A00A, figura 5.21. En ésta, la tensión hidrostática por encima del 1% de deformación alcanza un valor de hasta 140 MPa para una deformación alrededor del 8%. Además, la tensión deviadora en este material es la única que también aumenta con la deformación. Esto pone de manifiesto que la tensión residual provocada por la deformación en compresión, posee un carácter ligeramente deviator axial en el centro (cilindros). En modo tracción, sin embargo, figura 5.22, no se aprecia este comportamiento. La tensión deviadora, disminuye con la deformación.

Resumidamente, la respuesta de la tensión residual macroscópica ante la deformación plástica está gobernada por dos etapas. Una etapa inicial de relajación rápida de la tensión con grados de deformación muy bajos, que es común a ambos modos de ensayo. Y una segunda etapa, en la que pueden entrar en juego varios efectos: Arrastre, en materiales compuestos; tensiones inter-granulares, especialmente evidentes en W2A00A y W2A15A, y posible deformación no homogénea.

TENSIÓN MICROSCÓPICA

En cuanto a la variación de tensión microscópica, únicamente se ha podido determinar en compresión uniaxial en los materiales compuestos W2A15A y W6A15A. En la figura 5.24 se muestra la variación de la tensión microscópica hidrostática y deviadora.

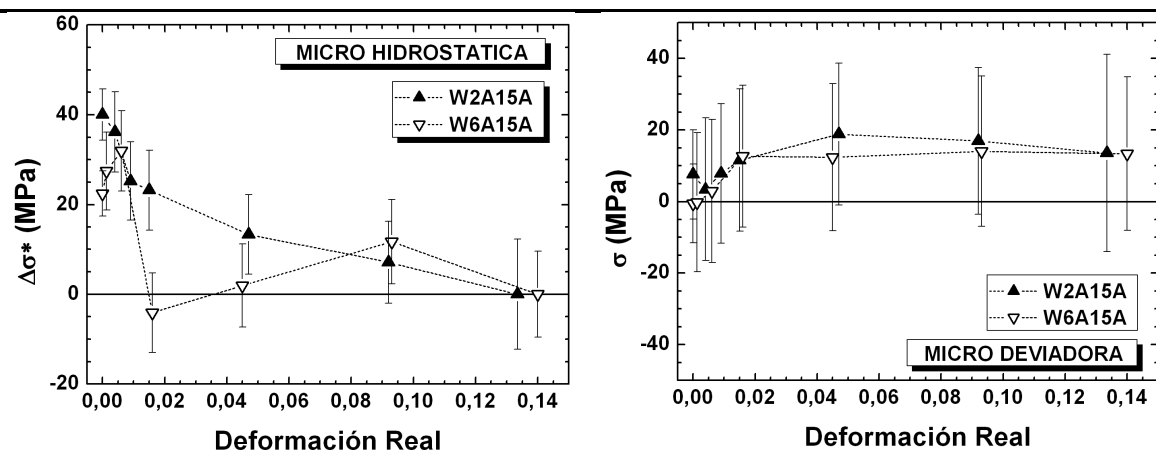


Figura 5.24 Variación de la tensión residual microscópica, hidrostática y deviatora, en valores relativos al estado relajado ($\Delta\sigma^*$), con el grado de deformación **en compresión**, en materiales procesados por IM.

La micro-tensión hidrostática disminuye con la deformación de forma suave en W2A15A y algo errática en W6A15A. Recordemos que esta variación es relativa al estado de mínima tensión. En realidad, no se puede concluir si se anula porque se ha calculado en relación al valor mínimo. El nivel de tensión microscópica (térmica) encontrado está en línea con los estados tensionales encontrados en secciones anteriores de este trabajo. La disminución de la tensión micro con la deformación es consistente con las observaciones realizadas en otros estudios [117,139,141]. La plastificación de la matriz alrededor de las partículas activa determinados micro-mecanismos que llevan a la disminución de las tensiones térmicas. Entre ellos, la reordenación de dislocaciones en la inter-cara, de manera que se minimiza la energía y, con ello, la tensión interna local. En alguno de los trabajos mencionados [141] se sugieren otros efectos, como daño en la inter-cara, fractura, cavitación, etc. [170]. El término deviator sin embargo, no desaparece, sino que se mantiene constante con la deformación, y es el principal responsable del DRM [101].

Variación de la AMAP

Otro efecto interesante de la deformación plástica es la variación de la anchura a mitad de altura de pico de difracción de la familia 311 del Al, AMAP. Esta magnitud está relacionada con la distribución estadística de las distancias interplanares de esta familia de planos en los distintos granos incluidos en el volumen de medida [76].

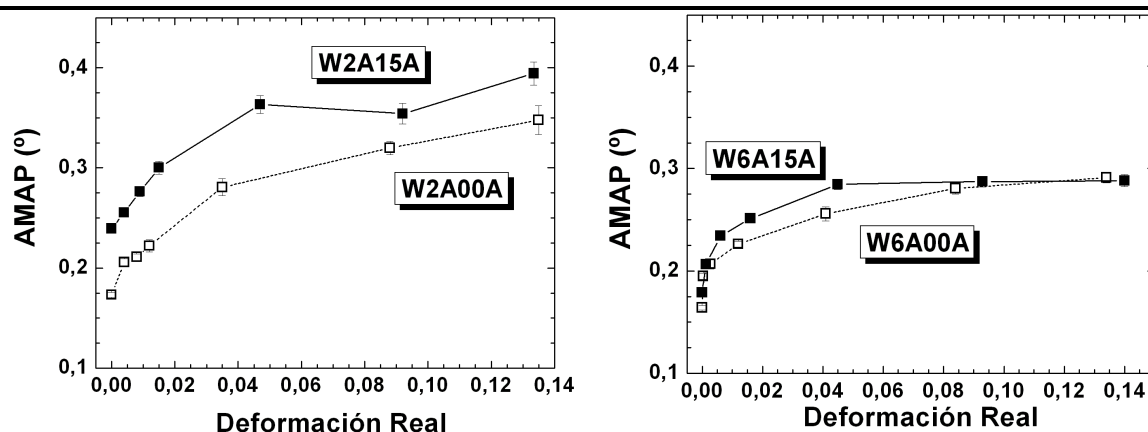


Figura 5.25 Variación de la AMAP con el grado de deformación en compresión uniaxial

Variaciones pequeñas, asociadas a causas tales como, precipitación, defectos, dislocaciones, etc., dan lugar a una mayor dispersión de distancias interplanares que contribuyen a la medida del pico de difracción correspondiente. Esto se refleja en variaciones de la anchura de los picos de difracción. En las figuras 5.25 y 5.26 se muestra la variación de la AMAP con el grado de deformación en compresión y en tracción respectivamente. En todos los materiales se produce un ensanchamiento de los picos de difracción, más acentuado a grados de deformación bajos. A medida que aumenta el grado de deformación la variación de la AMAP tiende a un valor constante. Se “satura”.

En compresión, figura 5.25, en el caso del material compuesto W2A15A el ensanchamiento es más acentuado que en la aleación W2A00A. Esto es consecuente con una mayor densidad de dislocaciones. En el caso del compuesto W6A15A, el comportamiento es muy similar al de la aleación, en línea también con las similitudes en propiedades mecánicas entre los dos. El ensanchamiento que tiene lugar en el compuesto W2A15A es también muy superior al observado en el compuesto W6A15A. Esto, otra vez, está en buen acuerdo con la gran diferencia en resistencia mecánica entre ambos materiales compuestos.

En tracción, figura 5.26, también se ha observado un ensanchamiento de los picos de difracción con el grado de deformación. Nótese que en el caso de tracción las unidades de la AMAP se expresan en keV en lugar de en grados, puesto que las medidas de las

muestras de tracción se realizaron por difracción de radiación de sincrotrón en modo de dispersión de energías. Cada familia de planos hkl difracta con un valor de energía determinado.

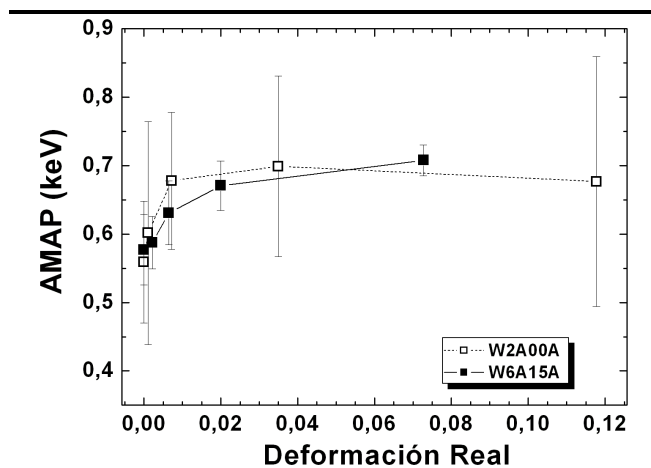


Figura 5.26 Variación de la AMAP con el grado de deformación en tracción uniaxial

Resulta difícil pues la comparación cuantitativa ya que se trata de técnicas diferentes para las medidas en compresión y tracción, ND y SRD, respectivamente. Sin embargo, el comportamiento en tracción está, desde un punto de vista cualitativo, en buen acuerdo con el de compresión: se encuentra un aumento a bajas deformaciones y alcanza un valor constante a deformaciones más elevadas.

CAPITULO 6. CONCLUSIONES Y TRABAJO FUTURO

6.1 CONCLUSIONES

Para el desarrollo del trabajo de investigación presentado en esta memoria, las técnicas de Difracción de Neutrones y de Radiación de Sincrotrón en Grandes Instalaciones han sido fundamentales para la caracterización del estado triaxial de tensiones residuales. La combinación de esos resultados con los de técnicas experimentales de caracterización microestructural y de propiedades mecánicas, más convencionales en Ciencia de Materiales, han permitido llevar a cabo un trabajo cuyos logros más relevantes son los que se resumen a continuación:

- El tratamiento de temple en agua desde una temperatura de solubilización del aluminio genera un estado triaxial de tensiones residuales en geometría cilíndrica. Las componentes principales de tensión residual macroscópica se distribuyen de forma parabólica a lo largo del diámetro de la sección transversal del cilindro. Dicha distribución resulta mucho más intensa en la dirección axial. A su vez, la tensión macroscópica se desarrolla de forma más intensa en las aleaciones sin reforzar que en los materiales compuestos.
- Para los tamaños de muestra menores las tensiones macroscópicas desarrolladas alcanzaron entre un 10 y un 25% del límite elástico, dependiendo del material. Sin embargo con muestras de mayor tamaño se han observado perfiles de tensión residual macroscópica de alrededor del 50% del límite elástico.

- La obtención de forma precisa de un perfil de tensión a lo largo de la sección del material ha permitido obtener de forma analítica, un valor de espaciado reticular de referencia confiable, sin necesidad de recurrir a materiales de referencia en polvo que frecuentemente no reflejan de forma realista determinadas contribuciones a la tensión residual.
- La magnitud del estado de tensiones residuales macroscópicas ha resultado ser directamente proporcional, a factores como el tamaño de la pieza templada, las propiedades mecánicas de la matriz, y el coeficiente de expansión térmica.
- La presencia de refuerzo en materiales compuestos, juega un papel importante en la generación de la tensión residual:
 - La tensión macroscópica desarrollada en la matriz de los materiales compuestos estudiados es menor que en las correspondientes aleaciones sin reforzar. Esto es debido a las diferencias en CTE macroscópico, y a que el refuerzo supone una discontinuidad la matriz que actúa como barrera al frente de contracción asociado al temple.
 - El desajuste entre la matriz y el refuerzo en materiales compuestos genera a su vez tensiones residuales microscópicas dependientes de la microestructura y las diferencias en CTE de las fases fundamentalmente.
 - La tensión microscópica ha resultado ser del orden del 10% del límite elástico del material compuesto, y es independiente de la geometría de la muestra o de su tamaño.
- Se ha observado un fenómeno de Diferente Resistencia Mecánica intenso en los materiales de colada estudiados (entre 20 y 60 MPa dependiendo del material), tanto en las aleaciones como en los materiales compuestos.
 - En materiales compuestos, se atribuye en parte a la presencia de tensiones residuales internas (microscópicas), y en parte a la probable aparición de despegues y cavidades en la intercara matriz/refuerzo durante los ensayos de tracción.

- En las aleaciones no ha podido esclarecerse el origen del diferente comportamiento mecánico. Pueden existir contribuciones adicionales, como al de las tensiones inter-granulares, que jueguen un papel importante en este fenómeno.
- Los tratamientos térmicos de envejecimiento y recocido hacen evolucionar el estado de tensiones residuales:
 - La tensión macroscópica se relaja parcialmente con el envejecimiento y totalmente con el recocido. Cuanto mayor es la temperatura del tratamiento, mayor la relajación. Ésta ocurre como un “aplanamiento” de las distribuciones parabólicas
 - En materiales compuestos las tensiones microscópicas térmicas, debidas al desajuste entre matriz y refuerzo no llegan a relajarse completamente. Es posible que desaparezcan a una determinada temperatura, pero reaparecen cada vez que se enfría el material.
- Las tensiones residuales y el límite elástico experimentan ambas variaciones exponenciales decrecientes con los tratamientos térmicos de recocido, aunque las primeras obedecen a un mecanismo de fluencia y el segundo a la evolución de la microestructura del material.
- En materiales compuestos la presencia de refuerzo produce un efecto de aceleración de la cinética de relajación de la tensión residual macroscópica. A partir de las curvas de cinéticas se ha podido obtener un valor de la Energía de Activación del proceso de relajación de tensiones residuales, que resulta ligeramente inferior en el material compuesto.
- La deformación plástica también modifica el estado de tensiones residuales:
 - La tensión residual macroscópica relaja drásticamente para valores de deformación plástica bajos, inferiores al 1%.
 - La tensión microscópica disminuye, al menos parcialmente con la deformación plástica por compresión.

- La presencia de refuerzo no tiene influencia sobre el decaimiento de las tensiones residuales con la deformación.
- Por encima del 1% de deformación se han observado diferentes efectos capaces de modificar el estado de tensiones residuales tras la relajación.

6.2 LINEAS DE INVESTIGACIÓN FUTURA

Durante el desarrollo de esta tesis se ha evidenciado la necesidad de profundizar en algunos conceptos que complementarían los resultados de este trabajo. Las líneas de investigación propuestas se resumen a continuación.

- Determinación de tensiones intergranulares en los materiales IM, incluyendo las aleaciones; así como su influencia sobre los valores Diferente Resistencia Mecánica en tracción y compresión. Este objetivo requiere de nuevos métodos de cálculo y análisis que ya se están planteado.
- Estudio microestructural detallado de la intercara matriz/refuerzo en los materiales compuestos IM, y su evolución con la deformación mecánica en tracción.
- Estudio de relajación de tensiones residuales con tratamientos de recocido recocido a más temperaturas, de manera que permita corroborar y disminuir el error de los valores de energía de activación obtenidos.
- Diseño de experimentos que permitan la aplicación de las ecuaciones de equilibrio de la tensión a la medida de la evolución de las tensiones residuales con la deformación plástica en compresión/tracción, sobre todo de la tensión microscópica. Así mismo es necesario replantear los ensayos de deformación para evitar efectos de deformación no homogénea.

BIBLIOGRAFÍA

- 1 D. Gallitelli, V. Boyer, M. Gelineau, Y. Colaitis, E. Rouhaud, D. Retraint, R. Kubler, M. Desvignes, L. Barrallier "Simulation of shot peening: From process parameters to residual stress fields in a structure" *Comp. Rend. Mec.* 344, 4-5 (2016) 355-374
- 2 M. Multigner, E. Frutos, C.L. Mera, J. Chao, J.L. González-Carrasco "Interrogations on the sub-surface strain hardening of grit blasted Ti-6Al-4V alloy" *Surf. Coat. Tech.* 14 (2009) 2036-2040
- 3 L. Xie, Y. Wen, K. Zhan, L. Wang, Ch. Jiang, V. Ji "Characterization on surface mechanical properties of Ti-6Al-4V after shot peening" *Jour. Allo. Comp.* 666 (2016) 65-70
- 4 C.H. Lee, K.H. Chang "Temperature fields and residual stress distributions in dissimilar steel butt welds between carbon and stainless steels" *App. Ther. Eng.* 45-46(2012) 33-41
- 5 N. Syahroni, M. I. P. Hidayat "3D Finite element simulation on T-Joint fillet weld: Effect of various welding sequences on the residual stresses and distortions" on "Numerical Simulation - From theory to Industry" M. Andrychuck CC BY License, Chapter 24 (2012)
- 6 NACE SP0472 "Methods and Controls to Prevent In-Service Environmental Cracking of Carbon Steel Weldments in Corrosive Petroleum Refining Environments" NACE International (2015)
- 7 API 571 "Damage Mechanisms Affecting Fixed Equipment in the Refining Industry" American Petroleum Institute (2011)
- 8 S. Sen, B. Aksakal, A. Ozel "Transient and residual thermal stresses in quenched cylindrical bodies" *Int. J. Mech. Sci.* 42 (2000) 2013-2029
- 9 X.X. Zhang, B.L. Xiao, Heiko Andrä, Z.Y. Ma "Multiscale modeling of macroscopic and microscopic residual stresses in metal matrix composites using 3D realistic digital microstructure models" *Comp. Struc.* 137 (2016) 18-32
- 10 X.X. Zhang, B.L. Xiao, Heiko Andrä, Z.Y. Ma "Multi-scale modeling of the macroscopic, elastic mismatch and thermal misfit stresses in metal matrix composites" *Comp. Struc.* 125 (20115) 176-187
- 11 ASM Handbook Vol. 2. "Properties and Selection Nonferrous Alloys and Special Purpose Materials" ASM International 1991
- 12 ASME B&PVC Section II "Nonferrous Material Specifications"
- 13 ASM Handbook Vol. 4 "Heat Treating" ASM International (1991)
- 14 J.M. Silcock, T.J. Heal, H.K. Hardy "Structural ageing characteristics of binary Aluminium-Copper alloys" *J. Inst. Met.* vol. 82 (1953) 236-238
- 15 G.A. Edwards, K. Stiller, G.L. Dunlop, M.J. Couper "The precipitation sequence in Al-Mg-Si Alloys" *Acta Mater.* 46, 11 3893-3904 (1998)
- 16 C.S. Ramesh, R. Keshavamurthy, P.G. Koppad, K.T. Kashyap "Role of particle stimulated nucleation in recrystallization of hot extruded Al6061/SiCp composites" *Trans. Nonferrous Met. Soc. China* 23(2013) 53-58
- 17 H.A. Hassan, J.J. Lewandowski "Properties of Discontinuously Reinforced Metal Matrix: Composites and Laminates" *Comprehensive Comp. Mat.*, Vol.3, 2000, 151-187
- 18 M.G. McKimpson, T.E. Scott "Processing and properties of metal matrix composites containing discontinuous reinforcement" *Mat. Sci. Eng A* 107 (1989) 93-106
- 19 G.J. Hildeman, M.J. Koczak "Powder-Metallurgy Aluminum Alloys" on "Aluminum Alloys—Contemporary Research and Applications" *Treatise on Materials Science & Technology*, Vol.31, 1989, 323-364
- 20 T.R. McNelley "Friction stir processing (FSP): refining microstructures and improving properties" *Rev. Met.* Vol. 46 (2010) 149-156
- 21 H. Khosravi, F. Akhlaghi "Comparison of microstructure and wear resistance of A356-SiCp composites processed via compocasting and vibrating cooling slope" *Trans. Nonf. Met. Soc. China* Vol 25-8, (2015) 2490-2498

- 22 D. Shin, J. Lee, E Yoon, H Lee "Effect of the processing methods on the formation of Al₄C₃ in SiCp/2024 Al composites" *Mat.Res. Bull.* Vol. 32-9 (1997), 1155-1163
- 23 S. V. Nair, J. K. Tien and R. C. Bates *Int. Metall. Rev.*, 30(1985)275.
- 24 P.C. Angelo, R. Subramanian "Powder metallurgy: science, technology and applications" Ed. PHI (2008)
- 25 E.Hunt, P.D.Pitcher y P.J.Gregson "Precipitation reactions in 8090 SiC particulate reinforced MMC" *Scr.Metall.Mater*, 24, 937-941 (1990).
- 26 F. Kloucek, R.F. Singer "Influence of processing on the mechanical properties of SiC whisker reinforced aluminum alloys" *Proc. 31st Int. SAMPE Sym*, (1986) 1701-1712
- 27 R.J. Arsenault, S.B. Wu "A comparison of PM Vx. Melted SiC/Al composites" *Scrip. Met.* 22 (1988) 767-772
- 28 R.J. Arsenault, S.B. Wu Reply to "A comparison of PM Vx. Melted SiC/Al composites" *Scrip. Met.* 23 (1989) 293-294
- 29 W.S. Miller, F.J. Humphreys "Strengthening mechanisms in particulate metal matrix composites" *Scrip-Met. Et Mat.* 25 (1991) 33-38
- 30 R.J. Arsenault " Strengthening mechanisms in particulate MMC: remarks on a paper by Miller and Humphreys" *Scrip- Met. Et Mat.* 25 (1991) 2617-2621
- 31 W.S. Miller, F.J. Humphreys "Strengthening mechanisms in particulate metal matrix composites, Reply to comments by Arsenault" *Scrip- Met. Et Mat.* 25 (1991) 2623-2626
- 32 W.S. Miller, F.J. Humphreys "Fundamental Relationships between between microstructure and mechanical properties of MMCs" Ed. P K Liaw and M Gungor TMS (1990) 517
- 33 R.J. Arsenault, R.M. Fisher "Microstructure of fiber and particulate SiC in 6061 Al composites" *Scrip. Met.* 17 (1983) 67-71
- 34 E. Orowan Symposium on internal stresses In: *Metals and alloys*. London Inst. Of Metals, 1948
- 35 S. Queyreau, G. Monnet, B. Devincere "Orowan strengthening and forest hardening superposition examined by dislocation dynamics simulations" *Acta. Mat.* 58(2010) 5586-5595
- 36 Z.Zhang, D.L. Chen "Contribution of Orowan strenghtening effect in particulate-reinforced metal matrix nanocomposites" *Mat. Sci. Eng. A* 483 (2008) 148-152
- 37 H.L. Cox "The elasticity and strength of paper and other fibrous materials" *Brit. Jour. App. Phys.* 3, 72-79, 1953
- 38 Hseuh, C. H. "Modeling of elastic stress transfer in fiber-reinforced composites" *Trends in Polymer Science* 10 (1995), 336.
- 39 V.C. Nardone, K.M. Prewo "On the strength of discontinuous silicon carbide reinforced aluminum composites" *Scrip. Met.* 20 (1986) 43-48
- 40 J.A. Nairn "On the use of shear-lag methods for analysis of stress transfer in unidirectional composites" *Mech. of Mat.* 26 (1997) 63-80
- 41 Jiang, K. R. and L. S. Penn "Improved analysis and experimental evaluation of the single filament pull-out Test" *Comp. Sci. and Tech.* 45(1992), 89.
- 42 Kim, J. K., C. Baillie, and Y. M. Mai "Interfacial debonding and fibre pull-out stresses. Part I: critical comparison of existing theories" *J. Mat. Sci.* 27 (1991), 3143.
- 43 McCartney, L. N. "Analytical models of stress transfer in unidirectional composites and cross-ply laminates, and their application to the prediction of matrix/transverse cracking" *Local Mechanics Concepts for Composite Material Systems*, eds., J. N. Reddy and K. L. Reifsnider, Proc. IUTAM Symposium, Blacksburg, VA, 1991, 251.
- 44 M.S. Troitsky "Stiffened Plates: Bending, Stability and Vibrations" Elsevier Scientific Publishing (1976)
- 45 J.D. Eshelby "The determination of the elastic field of an ellipsoidal inclusion, and related problems" *Proc. Roy. Soc. A* 241 (1957) 376-396)
- 46 P.J. Withers, W.M. Stobbs, O.B. Pedersen "The application of the Eshelby method of internal stress determination to short fibre metal matrix composites" *Acta Metall* 37(1989) 3061-3084
- 47 D. Hull, T.W. Clyne "An introduction to composite materials" 1st Ed. Cambridge solid state science series. (1996)
- 48 O.B. Pedersen "Thermoelasticity and plasticity of composites I - Mean field theory" *Acta Metall.* 31 (1983) 1795-1808
- 49 M. Taya, R.J. Arsenault "A comparison between a shear lag type model and an eshelby type model in predicting the mechanical properties of a short fiber composite" *Scrip. Met* 21 (1987) 349-354
- 50 Y. Wu, E.J. Lavernia "Strengthening behavior of particulate reinforced MMCs" *Scrip. Met.* 27 (1992) 173-178

- 51 J. Sarkar "Aspects of strengthening and work hardening in particulate metal matrix composites" *Scrip. Met. Et Mat.* 32 (1995) 37-42
- 52 A. Borrego "Microestructura, cinética de precipitación y propiedades mecánicas de compuestos Al(6061)-15vol%SiCw extruidos a diferentes temperaturas" Tesis Doctoral (2003)
- 53 S.Suresh y K.K:Chawla "Aging characteristics of reinforced metals" en "Fundamentals of metal matrix composites" ed. S.Suresh, A.Mortensen y A.Needleman", Butterworth-Heinemann,Stoneham, 119-136 (1993).
- 54 T.G. Nieh, R.F. Karlak "Aging characteristics of B4C-reinforced 6061-aluminum"*Scrip. Met.* 18 (1984) 25-28
- 55 A. Borrego, G. González-Doncel "Analysis of the precipitation behavior in aluminum matrix composites from a Johnson-Mehl_Avrami kinetic model" *Mat. Sci. Eng. A* 252 (1998) 149-152
- 56 W. Sha "Application of simple practical models for early stage ageing precipitation kinetics and hardening in aluminium and magnesium composites" *Mat. Des.* 28(2007) 1524-1530
- 57 P.J. Mane, K.L.V. Kumar "Study on ageing behaviour of silicon nitride reinforced Al6061 composite" *Proc. Eng* 97 (2014) 642-647
- 58 A. Borrego, J. Ibañez, V. López, M. Lieblich, G. González-Doncel "Influence of extrusion temperature on the aging behaviour of 6061Al-15vol%SiC composites" *Scr.Mater.* 34, 471-478 (1996).
- 59 I.Dutta, S.M.Allen y J.L.Hafley "Effect of reinforcement on the aging response of cast 6061 AlAl2O3 particulate composites",*Met.Trans. A* 22, 2553-2563 (1991).
- 60 S.Suresh, T.Christman y Y.Sugimura "Accelerated aging in cast Al alloy-SiC particulate composites" *Scr.Metall.* 23, 1599-1602 (1989).
- 61 V.K.Varma, Y.R.Mahajan y V.V.Kutumbarao "Ageing behaviour of Al-Cu-Mg alloy matrix composites with SiCp of varying sizes" *Scr.Mater.* 37, 485-489 (1997).
- 62 J.L.Petty-Gallis y R.D.Goolsby "Calorimetric evaluation of the effects of SiC concentration on precipitation processes in SiC particulate-reinforced 7091 aluminium" *J.Mater.Sci.* 24, 1439-1446 (1989).
- 63 M.Gupta y M.K.Surappa "Effect of weight percentage os SiC particulates on the ageing behaviour of 6061/SiC metal matrix composites" *J.Mater.Sci.Lett.* 14, 1283-1285 (1995).
- 64 M. Gupta and M.K. Surappa "Effect of increase in heterogeneous nucleation sites on the ageing behavior of 6061/SiC metal matrix composites" *Mat. Res. Bull.* 30(1995) 1023-1030
- 65 J.M.Papazian "Effects of SiC whiskers and particles on precipitation in aluminum matrix composites" *Metall.Trans.A* 19, 2945-2953 (1988).
- 66 V.K.Varma, S.V. Kamat, Y.R.Mahajan y V.V.Kutumbarao "Effect of reinforcement size on low strain yielding beaviour in Al-Cu-Mg/SiCp composites"*Mar. Sci. Eng A* 318 (2001) 57-64
- 67 K. Mahadevan, K. Raghukandan, B.C. Pai, U.T.S. Pillai "Influence of precipitation hardening parameters on the fatigue strength of AA 6061-SiCp composite" *J. Mat. Proc. Tech.* 198 (2008) 241-247
- 68 H.K. Hardy "Ageing curves at 110°C on binary and ternary aluminium-copper alloys" *J. Ins. Met.* 82 (1953) 236-238
- 69 R.D. Doherty, D.A. Hughes, F.J. Humphreys, J.J. Jonas d, D. Juul Jensen e,M.E. Kassner, W.E. King, T.R. McNelley, H.J. McQueen, A.D. Rollett, "Current issues in recrystallization: a review" *Mat. Sci. Eng A* 238, 219-274, (1997)
- 70 F.J. Humphreys, M. Hatherly "Recrystallization and related annealing phenomena" 2nd Ed. Elsevier 2004.
- 71 B. Bay and N. Hansen *Metall Trans. A*10, 279 (1979)
- 72 T.Furu, K. Marthinsen, E. Nes "Particle effects on recrystallization of metals" *Mat. Sci. Forum Vols.* 113-115 (1993) pp 41-54
- 73 F.J. Humphreys, P.N. Kalu "Dislocation-particle interactions during high temeperature deformation of two-phase aluminium alloys" *Acta Metall* 35 (1987)2815-2829
- 74 F.J. Humphreys "Particle stimulated nucleation of recrystallization at silica particles in nickel" *Scrip. Mat.* 43 (2000) 591-596
- 75 P.J. Withers, H.K.D.H. Bhadeshia "Overview: Residual stress. Part 2 - Nature and origins" *Mat. Sci. And Tech.* 17 (2001) 366-375
- 75 C.H. Wörner "Some remarks on the zener drag" *Scrip. Metall.* 23, 11 (1989) 1909-1912
- 76 E. Macherauch, K.H. Kloss "Origin, Measurements and Evaluation of Residual Stress in Science and Technology" Ed. by Macherauch, V. Hauk, DGM VERLAG, 1987.
- 77 M.E. Fitzpatrick, M.T. Hutchings, P.J. Withers "Separation of measured fatigue crack stress fields in a metal matrix composite material" *Acta Mater.* 47, 2 (1999) 585-593

- 78 A.J. Allen, M.A.M. Bourke, S. Dawes, M. T. Hutchings, P. J. Withers "The analysis of internal strains measured by neutron diffraction in Al/SiC metal matrix composites" *Acta Metallurgica et Materialia* 40 (1992) 2361-2373
- 79 M. Jain, S.R. MacEwan, L. Wu "Finite-element modeling of residual-stresses and strength differential effect in discontinuously reinforced metal-matrix composites" *Mat. Sci. Eng. A* 183 (1994) 111-120
- 80 Y. L. Shen, M. Finot, A. Needleman, S. Suresh "Effective plastic response of two-phase composites" *Acta Metall. Mater.* 43 (1995) 1701-1722
- 81 G.L. Povirk, A. Needleman, S.R. Nutt "An analysis of the effect of residual stresses on deformation and damage mechanisms in Al-SiC composites" *Mat. Sci. Eng. A* 132 (1991) 31-38
- 82 J.W.L. Pang, T.M. Holden, T.E. Mason "In situ generation of intergranular strains in an Al7050 alloy" *Acta. Mater.* 46, 5 (1998) 1503-1518
- 83 E.C. Oliver, M.R. Daymond, P.J. Withers "Interphase and intergranular stress generation in carbon steels" *Acta Mater.* 52 (2004) 1937-1951
- 84 J. Lu, M. James, G. Roy "Handbook of measurement of residual stresses" Society for Experimental Mechanics, Inc. The Fairmont Press, Inc. (1996)
- 85 P.J. Withers, H.K.D.H. Bhadeshia "Overview: Residual stress. Part 1 - Measurements techniques" *Mat. Sci. And Tech.* 17 (2001) 355-365
- 86 V. Hauk "Structural and residual stress analysis by nondestructive methods: evaluation - application - assessment" Elsevier (1997)
- 87 M.E. Fitzpatrick, A. Lodini "Analysis of Residual Stress by Diffraction using Neutron and Synchrotron" Taylor & Francis (2003)
- 88 R. Fernández "Influencia del mecanismo de transferencia de carga en el comportamiento mecánico de materiales compuestos de matriz metálica Al6061-15vol%SiCw" Tesis Doctoral. UCM - Fac. CC Físicas Dpto. Fca Mat. (2003)
- 89 R. Fernández, G. González-Doncel "Threshold stress and load partitioning during creep of metal matrix composites" *Acta Mater.* 56 (2008) 2549-2562
- 90 P. Fernández-Castrillo, G. Bruno, G. González-Doncel "Macro and micro-residual stress distribution in 6061 Al-15 vol.% SiCw under different heat treatment conditions" *Comp. Sci. and Tech.* 66 (2006), 1738-1748.
- 91 J. Baruchel, J.L. Hodeau, M. S. Lehmann, J.R. Regnard, C. Schlenker "Neutron and Synchrotron radiation for condensed matter studies" HERCULES - Springer Verlag.
- 92 M.T. Pérez-Prado, M.C. Cristina, O. Ruano, G. González-Doncel "Grain boundary sliding and crystallographic slip during superplasticity of Al-5%Ca-5%Zn as studied by texture analysis" *Mater. Sci. Eng. A* 244 (1998) 216-223.
- 93 P. Mikula, P. Beran, J. Kucera, P. Lukás, P. Strunz, J. Saroun, J. Vacík, M. Vrána "Effective utilisation of medium power research reactor in Rez in basic, interdisciplinary and applied research" Nuclear Physics Institute ASCR, v.v.i (2011)
- 94 ASM Handbook Vol. 9 "Metallography and Microstructures" ASM International 9th Ed.
- 95 H.R. Wenk "Preferred orientation in deformed metals and rocks: An introduction to modern texture analysis" Academic Press, New York, 1985
- 96 A. Borrego, R. Fernández, M.C. Cristina, J. Ibañez, G. González-Doncel "Influence of extrusion temperature on the microstructure and the texture of 6061Al-15 vol.% SiCw PM composites" *Comp. Sci. Tech* 62 (2002) 731-742
- 97 W.J. Lu, D. Zhang, X.N. Zhang, R.J. Wu, T. Sakata, H. Mori "Microstructure and tensile properties of in situ (TiB+TiC)/Ti6242 (TiB:TiC=1:1) composites prepared by common casting technique" *Mat. Sci. and Eng. A*, 311 (2001) 142-150
- 98 I. Dutta y D.L. Bourell, "Influence of dislocation density and distribution on the aging behavior of 6061Al-SiCw composites" *Acta Metall. Mater.* 38, (1990) 2041-2049
- 99 G.E. Dieter "Mechanical Metallurgy" MacGraw Hill, 2nd Ed. (1961)
- 100 P. Ludwig "Elemente der technologischen Mechanik" Springer-Verlag OHG, Berlin, 1909
- 101 R. Fernández, G. Bruno, G. González-Doncel "Correlation between residual stress and the strength differential effect in PM 6061Al -15 vol% SiCW" *Acta Mat.* 52 (2004) 5471
- 102 S. Hossain, C.E. Truman, D.J. Smith, M.R. Daymond "Application of quenching to create highly triaxial residual stresses in type 316H stainless steels" *Int. Jour. Mech. Sci.* 48 (2006) 235-243
- 103 I.C. Noyan, en J.B. Cohen "Residual Stress: Measurement by Diffraction and Interpretation" Springer-Verlag (1987)

- 104 P. Fernández, R. Fernández, G. González-Doncel, G. Bruno "Correlation between matrix residual stress and composite yield strength in PM 6061Al-15vol% SiCW" *Scr.Mat.*52 (2005) 793-797.
- 105 S. Timoshenko, J.N. Goodier "Theory of elasticity" McGraw Hill, 1951
- 106 R.F. Kern "Selecting Steels and Designing Parts for Heat Treatment" American Society for Metals (1969)
- 107 R. Fernández, G. Bruno, R. Lin Pen, Gaspar González-Doncel "Effect of Heat Treatments on the Residual Stress State of 6061Al-15vol% SiCW Composite" *Jour. Neutr. Res.* Vol. 12 (2004) 105-109
- 108 G. Bruno, R. Fernández, G. González-Doncel "Relaxation of the residual stress in 6061Al-15 vol% SiCW composites by isothermal annealing" *Mat. Sci. and Eng. A* 382 (2004) 188-197
- 109 H. Dölle, V. Hauk Z. Metallkunde 69 (1978) 410-417
- 110 M.R. James, J. B. Cohen "The Measurement of Residual Stress by X-Ray Diffraction Techniques" *Experimental Methods of Materials Science Vol 1* (1978)
- 111 W.F. Hosford "The Mechanics of Crystals and Textured Polycrystals" Oxford University Press, Oxford, UK, 1993
- 112 J.R. Taylor "An introduction to error analysis: the study of uncertainties in physics" University science books. New York; 1982.
- 113 A. Stewer, M. Dumont, M. Peel, M. Preuss, P.J. Withers "The variation of the unstrained lattice parameter in an AA7010 friction stir weld" *Acta Mat.* 55(2007) 4111-4120
- 114 P. Fernández-Castrillo, G. Bruno, G. González-Doncel "Neutron and synchrotron radiation diffraction study of the matrix residual stress evolution with plastic deformation in aluminum alloys and composites" *Mat. Sci. Eng. A* 487 (2008) 26-32
- 115 R. Fernández, G. Bruno, R. Lin Peng, G. González-Doncel "Effect of plastic deformation on the microscopic residual stresses in 6061Al-15vol%SiCW composites" *Mat. Sci. Forum* vols 426-432 (2003) 2193-2198
- 116 J.S. Robinson, C.E. Truman, S. Hossain, R. "Residual Stress and microstructural variations in thick aluminium alloy forgings" *Mat. Sci. Forum* 571-572 (2008) 45-50
- 117 M.E. Fitzpatrick, P.J. Withers, A. Baczmanski, M.T. Hutchings, R. Levy, M. Ceretti, A. Lodini "Changes in misfit stresses in an Al/SiCp metal matrix composite under plastic strain" *Acta Mat.* 50 (2002) 1031-1040
- 118 R. Schröder "Influences on development of thermal and residual stresses in quenched steel cylinders of different dimensions" *Mat. Sci. Tech.* Vol. 1(1985) 754-764
- 119 M.F. Ashby "Materials Selection in Mechanical Design" Elsevier Butterwrth-Heinemann 3rd Ed.(1992-2005)
- 120 M.F. Ashby "Criteria for selecting the components of composites" *Acta Metall. Mater.* 41, 1313-1335, (1993)
- 121 V.M. Levin "Thermal expansion coefficient of heterogeneous materials" *Mech. Solids* 2 (1967)
- 122 R.A. Schapery "Thermal Expansion Coefficients of Composite materials Based on Energy Principles" *J. Compos Mater*, 2 (1968) 380-404
- 123 M.E. Fitzpatrick, M.T. Hutchings, P.J. Withers "Separation of Macroscopic, Elastic Mismatch and Thermal Expansion Misfit Stresses in Metal Matrix Composite Quenched Plates from Neutron Diffraction Measurements" *Acta Mat.* 45 (1997) 4867-4876
- 124 Withers. P.J. "Measurement of residual and applied stress using neutron diffraction" ed. M.T. Hutchings and A. D. Krawitz Kluwer Academic, Dordrecht, 1992, pp. 205-222.
- 125 J.S. Robinson, D.A. Tanner "Residual stress development and relief in high strength aluminium alloys using standard and retrogression thermal treatments" *Mat. Sci. and Tech.* 19 (2003) 512-518
- 126 Withers P.J. Clarke A.P. Fitzpatrick M.E. "Intrinsic and Extrinsic Fracture Mechanisms in Inorganic Composite Systems" Ed. J.J. Lewandowsky and J.W.H. Hunt. TMS, Warrendale, Pennsylvania, 1995, 49-56
- 127 M.F. Ashby "The deformation of plastically non-homogeneous materials" *Phil. Mag.* 21 (1970) 399-424
- 128 M. Kouzeli, A Mortensen "Size dependent strengthening in particlereinforced aluminium" *Acta Mat.* 50 (2002) 39-51
- 129 R.J. Olsen, G.S. Ansell "The strength differential in two-phase alloys" *Trans. Of the ASM* 62 (1969)
- 130 R. Chait "The strength differential of steel and Ti alloy influenced by test temperature and microstructure" *Srip. Met.* 7 (1973) 351-354
- 131 R.J. Arsenault, M. Taya Further Comments on " The Strength Differential and Bauschinger Effects in SiC-Al Composites" *Mat. Sci. Eng A*108 (1989) 285-288

- 132 A. Levy, J. M. Papazian "Finite element analysis of whisker-reinforced SiC/Al composites subjected to cryogenic temperature thermal cycling" *J. Eng. Mat. Tech* 115 (1993) 129-133
- 133 G. C. Rauch, W. C. Leslie "The extent and nature of the strength-differential effect in steels" *Met. Trans.* 3 (1972) 373
- 134 Humphreys F.J. "Deformation and annealing mechanisms in discontinuously reinforced metal matrix composites" *Proc. 9th Risø International Symposium on Metallurgy and Metallic Materials* 1988
- 135 O. D. Sherby "Diffusion-controlled dislocation creep: a defense" *Acta Metall.* 27 (1979) 387-400
- 136 Y. Li, T. G. Langdon "Fundamental aspects of creep in metal matrix composites" *Metallurgical and Materials Transactions A* Vol. 30-2 (1999) 315
- 137 I. Dutta, J.D. Sims, D. M. Seigenthaler "An analytical study of residual stress effects on uniaxial deformation of whisker reinforced metal-matrix composites" *Acta Metall. Mater.* 41 (1993) 885
- 138 G. Gonzalez-Doncel, J. Wolfenstine "Pipe-diffusion-controlled creep under constant structure of an aluminium alloy" *Jour. Phil. Mag. Let.* 67 (1993) 173
- 139 R. Fernández, G. Bruno, G. González-Doncel "Residual stress evolution with compressive plastic deformation in 6061Al-15 vol.% SiCw composites as studied by neutron diffraction" *Mat. Sci. Eng. A* 403 (2005) 260-268
- 140 P.B. Pragnell, W.M. Stobbs, P.J. Withers "Considerations in the use of yield asymmetries for the analysis of internal stresses in metal matrix composites" *Mat. Sci. and Eng. A* 159 (1992) 51-63
- 141 R. Levy-Tubiana, A. Baczmanski, A. Lodini "Relaxation of the thermal mismatch stress due to plastic deformation in an Al/SiCp metal matrix composite" *Mat. Sci. Eng. A* 341 (2003) 74-86
- 142 Z. Hashin, S. Shtrikman "A variational approach to the theory of the elastic behaviour of multiphase materials" *J. Mech. Phys. Sol.* Vol. 11 (1963) 127-140
- 143 R.J. Arsenault "Comments on the relationship between dislocation velocity measurements and macroscopic deformation" *Scrip. Met.* 3 (1969) 419-422
- 144 J.P. Hirth, M. Cohen "On the strength differential phenomena in hardened steel" *Met. Trans.* 1 (1970) 3
- 145 G.C. Rauch, W.C. Leslie "The extent and nature of the strength-differential effect in steels" *Met. Trans.* 3 (1972) 373
- 146 R. Chait "Factors influencing the Strength Differential of High Strength Steels" *Met. Trans.* 3 (1972) 365
- 147 R. Chait, C.H. Cull "Evaluating engineering alloys in compression" *Recent developments in mechanical testing ASTM spec. Tech. Publ.* (1976) 3-19
- 148 Jones, R.M. *Mechanics of composite materials* McGraw-Hill, New York, 1975.
- 149 K. Wakashima, S. Kurihara, S. Umekawa "Macroscopic mechanical properties of composite materials" *Japan Soc. Comp. Mater.* 2, 1 (1976) 57-61
- 150 Nayfeh, A. H "Thermomechanically Induced Interfacial Stresses in Fibrous Composites" *Fibre Sci. & Tech.* 10 (1977), 195.
- 151 L.M. Brown, D.R. Clarke "The work hardening of fibrous composites with particular reference to the copper-tungsten system" *Acta Metall* 25 (1977) 563-570
- 152 R.J. Arsenault T.W. Cadman "Thermally-activated motion of a group of dislocations" *Scrip. Met* 12 (1978) 633-637
- 155 R.J. Lederich, S.M.L. Sastry "Deformation behavior of silicon-carbide-whisker-reinforced aluminum composites" *Short communication Mat. Sci. and Eng.* 55 (1982) 143-146
- 156 R.J. Arsenault, C.S. Pande "Interfaces in metal matrix composites" *Scrip. Met.* 18 (1984) 1131-1134
- 157 C.R. Feng, I.R. Kramer, R.J. Arsenault "A comparison of dislocation densities in high temperature creep" *Scrip. Met.* 20 (1986) 1373-1377
- 158 R.J. Arsenault, M. Taya "Thermal residual stress in metal matrix composite" *Acta Metall* 35 (1987) 651-659
- 159 P. Agrawal, K. Conlon, K.J. Bowman, C. T. Sun, F.R. Cichocki JR, K. P. Trumble "Thermal residual stresses in co-continuous composites" *Acta Mat.* 51 (2003) 1143-1156
- 160 H.M. Ledbetter, M.W. Austin "Internal strain (stress) in an SiC/Al particle-reinforced composite: an X-ray diffraction study" *Mat. Sci. and Eng.* 89 (1987) 53-61
- 161 V. Hauk, W.K. Krug, R.W.M. Oudelhoven, L. Pintschovius "Calculation of lattice strains in crystallites with an orientation corresponding ideal rolling texture of iron" *Z. Metallkde.* 79 (1988) 159-163
- 162 P.J. Withers, O.B. Pedersen, L.M. Brown, W.M. Stobbs Comments on "The strength differential and Bauschinger Effects in SiC-Al Composites" *Mat. Sci. And Eng. A* 108 (1989) 281-284

- 163 R.T. Whalen, G. González-Doncel, S.L. Robinson, O.D. Sherby "Mechanical properties of particulate composites based on a body-centered-cubic Mg-Li alloy containing boron" *Scrip. Metall*, 23 (1989) 137-140
- 164 E. P. Hunt, P.J. Gregson, P.D. Pitcher, C. J. Peel "The effects of ageing on the physical and mechanical properties of particulate reinforced aluminium alloys" *Scrip- Met. Et Mat.* 25 (1991) 2769-2774
- 165 N. Shi, R.J. Arsenault "Influence of thermally induced plasticity on the deformation of SiC/Al composites under tensile or compressive loading" *Scrip. Met. Et Mat.* 28 (1993) 623-628
- 166 R.J. Arsenault, X. Zhou "Effect of thermal-history on the strengthening of SiC/Al composites" *Scrip. Met. Et Mat.* 28 (1993) 875-878
- 167 A.W. Bowen, M.G. Ardakani, F.J. Humphreys " Deformation and recrystallization textures in Al-SiC metal-matrix composites" *Mat. Sci. Forum. Vols 157-162 (1994)* pp 919-926
- 168 R. K. Bolingbroke, G. J. Marshall and R.A. Ricks "The influence of initial microstructure on the recrystallization textures of aluminium alloys after hot deformation by laboratory simulation" *Mat. Sci. Forum 157-162 (1994)*, 1145
- 169 I.N.A.Oguocha, Y.Jin y S.Yannacopoulos "Characterisation of AA2618 containing alumina particles" *Mater.Sci.Tech.* 13, 173-181 (1997).
- 170 M. Gupta, M.K. Surappa, S. Qin "Effect of interfacial characteristics on the failure-mechanism mode of a SiC reinforced Al based metal-matrix" *J. Mat. Proc. Tech.* 67 (1997) 94-99
- 171 A. Borrego, G. González-Doncel "Calorimetric Study of 6061-Al-15 vol%SiC PM composites extruded at different temperatures" *Mat. Sci.Eng. A* 245 (1998) 10-18
- 172 J.W.L. Pan, T.M. Holden, T.E. Mason "In situ generation of intergranular strains in an Al7050 alloy" *Acta mater.* 46, 5 (1998) 1503-1518
- 173 M.Taya "Strengthening Mechanisms in Metal Matrix Composites" *Materials Transactions, JIM*, 32 1 (1991) 1-9
- 174 C.G. Kang, N. H. H. Kim, B. M. Kim "The effect of die shape on the hot extrudability and mechanical properties of 6061 Al/Al₂O₃ composites" *J. Mat. Proc. Tech* 100 (2000) 53/62
- 175 H.J. Kim, M. Niinomi " The role of microstructures on the strengthening mechanisms of a thermomechanically processed 2091 Al-Li alloy" *Mat. Sci. Eng. A* 284 (2000) 14-24
- 176 L.Margulies, G.Winther y H.F.Poulsen "In situ measurement of grain rotation during deformation of polycrystals" *Science* 291, 2392-2394 (2001).
- 177 W.H. Van Geertruyden, H.M. Browne, W.Z. Misiolek and P.T. Wang "Evolution of Surface Recrystallization during indirect extrusion of 6xxx aluminium alloys" *Metallurgical and Materials Transactions A Vol. 36A (2005)* p.1049
- 178 X. Song, M. Rettenmayr "Modeling recrystallization in a material containing fine and coarse particles" *Comput. Mater. Sci* 40 (2007) 234-245
- 179 J.A. Nairn "Polar shear-lag analysis of a composite of concentric cylinders with longitudinal cracks: Application to internal checking in wood" *Composites: Part A* 41 (2010) 850-858
- 180 Z.Wei, P.Ma, H. Wang, C. Zou, S. Scudino, K. Song, K.G. Prashanth, W. Jiang, J. Eckert "The thermal expansion behaviour of SiCp/Al-20Si composites solidified under high pressures" *Mat. Des.* 65 (2015) 387-394
- 181 W. C. Young, R. G. Budynas "Roark's formulas for stress and strain" McGraw Hill